

Chapitre 2. ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE LORS DU FILAGE À CHAUD

Afin d'étudier les évolutions de la microstructure au cours de l'opération de filage, des filages interrompus de plusieurs nuances ferritiques à 14%Cr-1%W (en pourcentage massique), à différents taux de renfort (Ti et Y_2O_3), issues de la métallurgie des poudres ont été réalisés au LTMEx avec les paramètres de référence CEA. Les culots de filage ainsi obtenus ont été caractérisés au MEB couplé à l'EBSI en différentes positions le long de lignes de courant. Le présent chapitre fait le bilan de l'ensemble des caractérisations menées sur ces culots de filage.

2.1 Prélèvement et préparation des échantillons

Afin d'analyser finement l'évolution de la microstructure au cours du filage de ces nuances, 4 échantillons ont été prélevés dans le sens longitudinal, et à différents endroits le long de la ligne centrale ; ils sont notés LC_i avec $i=1, 2, 3$ et 4. La Figure II-12 montre le positionnement des échantillons dans le culot de filage. La position $Y=0$ correspond à l'entrée de filière.

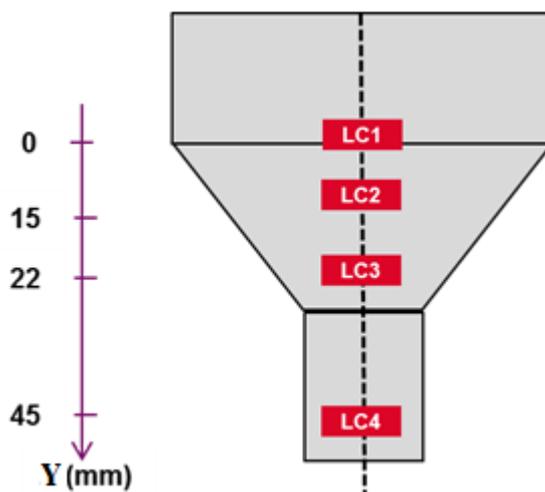


Figure II-12 : Schéma de prélèvement des échantillons pour les analyses microstructurales suivant la ligne centrale.

Pour la nuance ODS de référence, en plus de ces échantillons de la ligne centrale, 4 échantillons supplémentaires ont été prélevés suivant une ligne médiane, située à plus de 1 mm de la gaine protectrice, et notés LMi avec $i=1, 2, 3$ et 4 (Figure II-13). L'objectif étant d'étudier l'hétérogénéité de la microstructure suivant le rayon du lopin. La préparation des échantillons se fait selon le protocole expliqué en chapitre matériaux et méthodes.

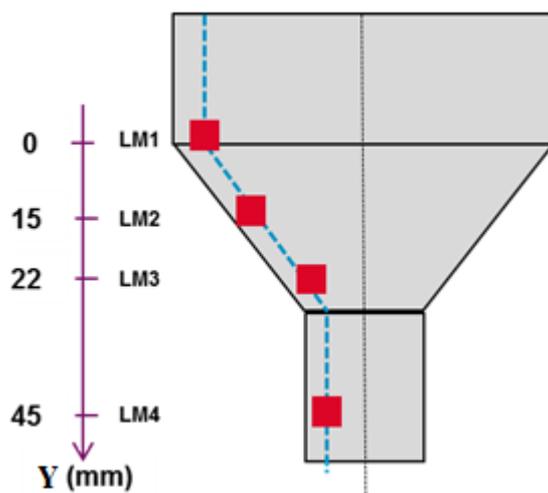


Figure II-13 : Schéma de prélèvement des échantillons pour les analyses microstructurales suivant une ligne médiane.

2.2 Caractérisation de la nuance ODS de référence

2.2.1 Caractérisation de la poudre recuite 1h à 1100°C

La poudre (Fe-14Cr-1W-0.3Ti-0.25Y₂O₃) recuite à 1100°C pendant 1h a été caractérisée par C. Cayron, au CEA Grenoble, dans le cadre du projet MACNA (collaboration entre CEA, EDF et AREVA). La microstructure est présentée en Figure II-14 et Figure II-15. Les particules sont de formes sphérique ou aplatie, de taille variant de 20 à 100 µm environ. En outre, les analyses EBSD montrent que ces particules de poudre sont constituées de quelques dizaines de grains ferritiques de taille comprise entre 5 et 20 µm. Les grains dans les particules aplaties sont souvent allongés dans le sens long de la particule. Par ailleurs, aucune texture cristallographique n'est observée. Ce matériau est ensuite consolidé et mis en forme par filage à chaud.

Il importe de noter que cette nuance présente une précipitation très fine (diamètre ~ 3-4 nm), avec une densité volumique importante, de l'ordre de 10²³ particules/m³.

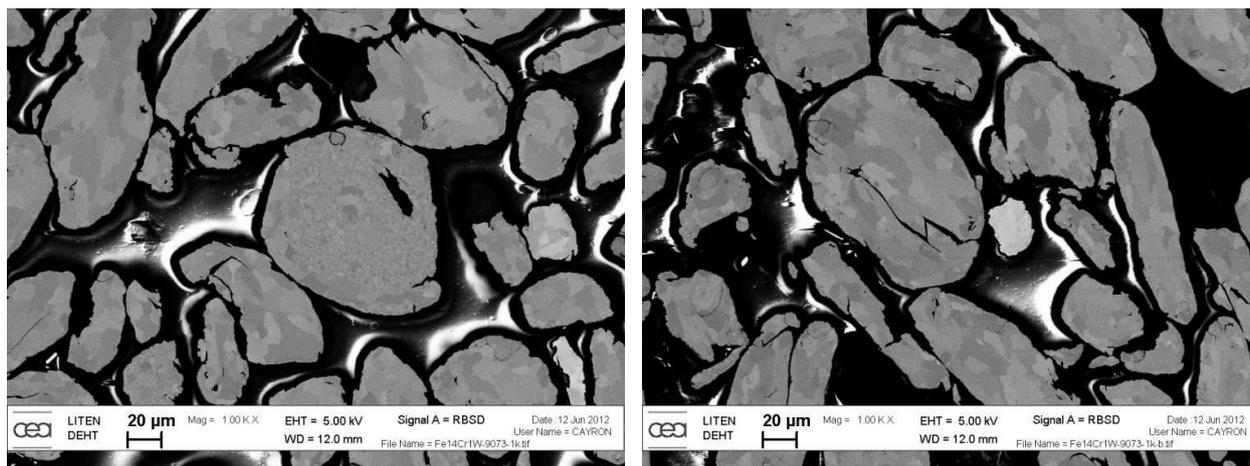


Figure II-14 : Microstructure de la poudre ODS recuite à 1100°C pendant 1h.

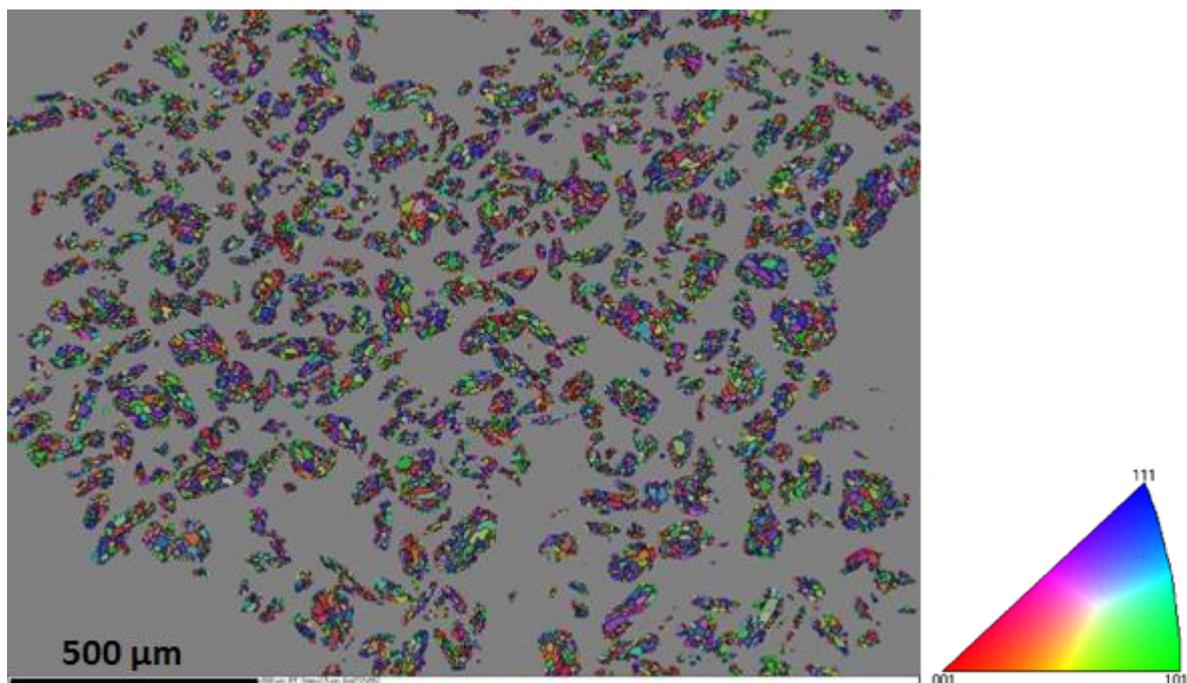


Figure II-15 : Cartographie EBSD de la poudre ODS recuite à 1100°C pendant 1h.

2.2.2 Cartographies d'orientations cristallines

Dans cette étude, les cartographies EBSD sont représentées à l'aide d'un code couleur dépendant de l'orientation des grains. Nous utilisons la figure de pôle inverse (IPF) associée à la direction du filage (Figure II-16).

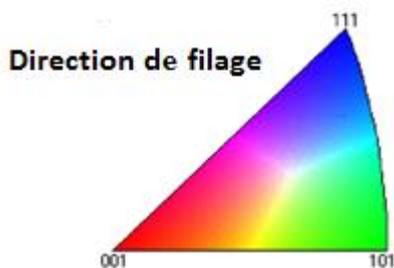
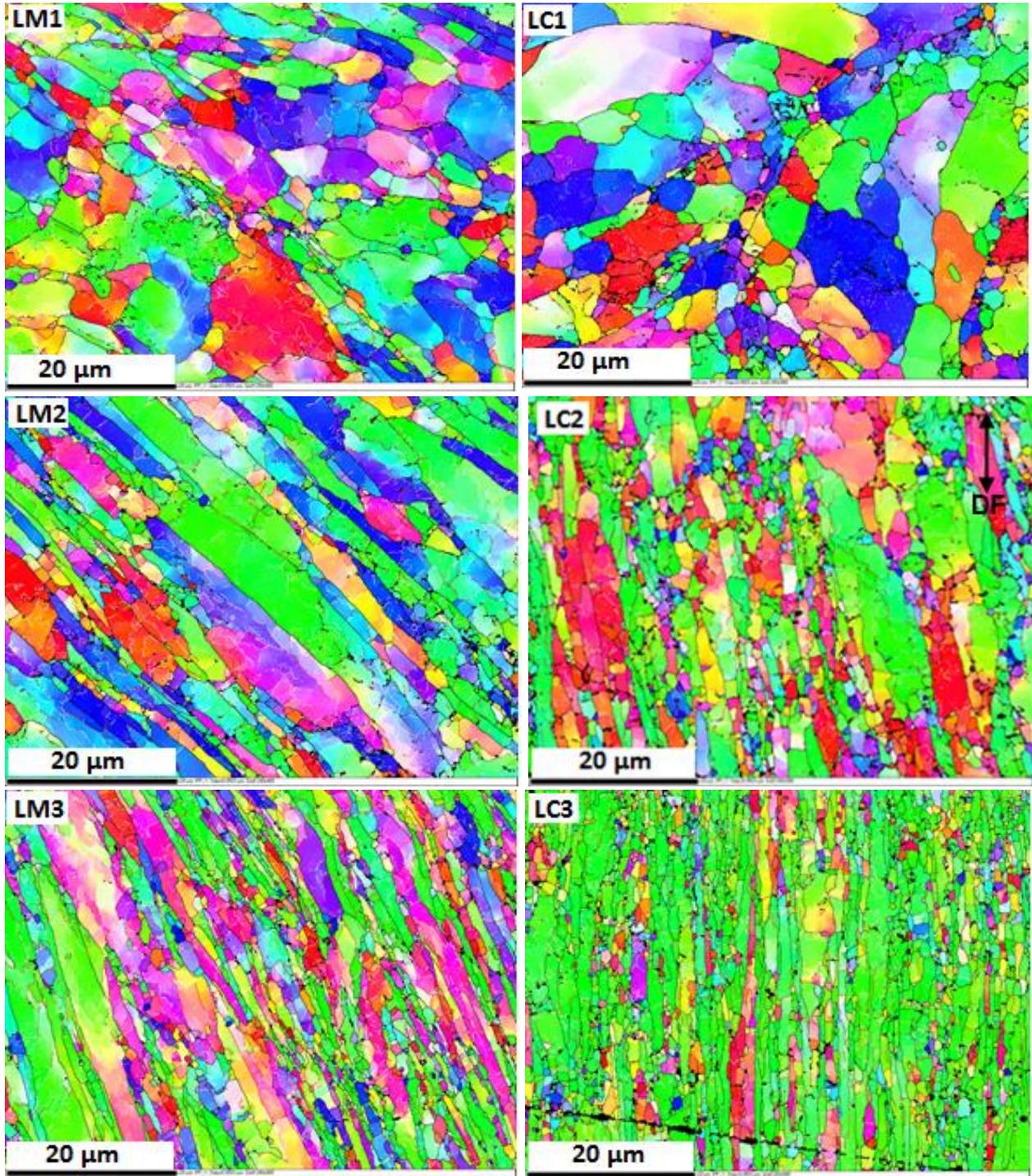


Figure II-16 : Code couleur utilisé pour les cartographies EBSD représentées dans cette section.

Les microstructures obtenues par analyses EBSD sont données en Figure II-17. Elles concernent les deux lignes d'analyses ; la ligne centrale L_{Ci} et une ligne médiane L_{Mi} (Cf. schémas en Figure II-12 et Figure II-13). Sur les cartographies d'orientations, la direction de filage est verticale. En raison de la microstructure très fine, le pas de mesure choisi est faible (50 nm) ; les plages ainsi étudiées présentent une taille de 45*60 µm².



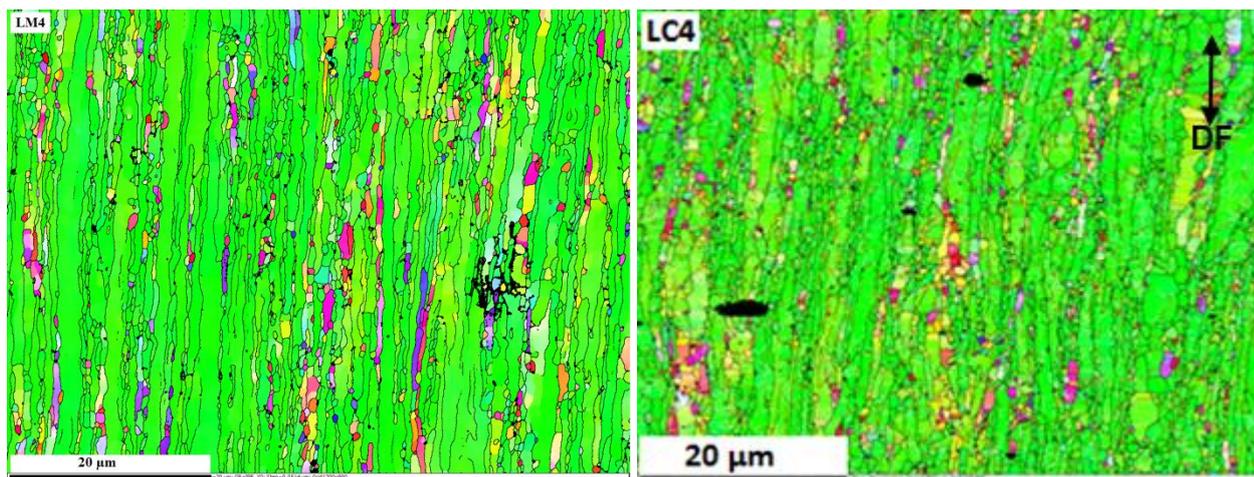


Figure II-17 : Cartographies EBSD montrant l'évolution de la microstructure au cours du filage à chaud de la nuance ODS de référence.

Sur l'ensemble des cartographies EBSD, la microstructure est constituée de deux populations de grains, distinguées par leur taille et leur morphologie. Une population de grains microniques, qui se déforment et s'allongent dans le sens de filage tout en acquérant une texture prononcée de type fibre α ($\langle 110 \rangle //$ à la direction de filage), et une population de petits grains (submicroniques) qui se déforment peu et présentent une texture très faible, voire isotrope. En effet, sur ces cartographies d'orientations cristallines, il est clair que les gros grains deviennent de plus en plus verts, alors que les plus petits sont davantage multicolores. Par ailleurs, le nombre de grains analysés pour chaque cartographie est reporté dans le Tableau II-2.

Tableau II-2: Nombre de grains dans les cartographies d'orientations cristallines ci-dessus.

Cartographie	LC1	LC2	LC3	LC4	LM1	LM2	LM3	LM4
Nombre de grains	228	772	1476	2266	247	316	1197	1333

Il convient aussi de souligner que la microstructure obtenue après filage est très stable vis-à-vis d'un maintien en température après déformation : aucune recristallisation statique n'est observée après une heure de maintien à 1100°C [Toualbi-Bénévise, L. - 2012], et ce malgré la présence d'une importante énergie stockée sous forme de dislocations. La densité de dislocations dans les nuances ODS à 14% de Cr filées est évaluée, par MET, à $\rho \approx 10^{14}$ - $10^{15}/\text{m}^2$ [Praud, M. - 2012]. Il est donc clair que les nanoparticules sont un frein efficace à la recristallisation en réduisant très fortement la mobilité des joints de grains et des dislocations.

Remarque : D'autres types d'affichage des résultats EBSD sont possibles. Par exemple, les cartographies de contrastes de bandes (indice sur la qualité du diagramme de Kikuchi) sont reportées en annexe A-2.

2.2.3 Évolution de la taille des grains

Pour suivre l'évolution de la taille des structures pendant le filage, les deux méthodes précédemment décrites dans le chapitre matériaux et méthodes (Partie I-Chapitre2) ont été utilisées : le diamètre du cercle équivalent (DCE) et la méthode des intercepts moyens.

2.2.3.1 Diamètre du cercle équivalent (DCE)

Le grain est entièrement délimité par une paroi de forte désorientation ($\theta \geq 10^\circ$). Les entités définies par moins de 3 pixels (c'est-à-dire ayant une taille inférieure à 150 nm) ne sont pas prises en compte dans les analyses afin d'éliminer le bruit de mesures.

L'évolution de la distribution des tailles de grains suivant les deux lignes d'analyses est donnée en Figure II-18 et Figure II-19 pour les lignes centrale et médiane, respectivement. Ces histogrammes montrent une translation importante de la taille des grains vers les faibles valeurs. Au début du filage, la proportion en nombre de grains de taille submicronique ne dépasse pas 45%, avec une taille moyenne de l'ordre de 2 μm . À l'état filé, cette proportion s'élève à 85% sur la ligne centrale, et 75% sur la ligne médiane. La taille moyenne des grains du matériau filé est inférieure à 1 μm (Figure II-20). Ces résultats montrent que la taille moyenne des grains diminue lors du filage, ce qui signifie un affinement de la microstructure du matériau.

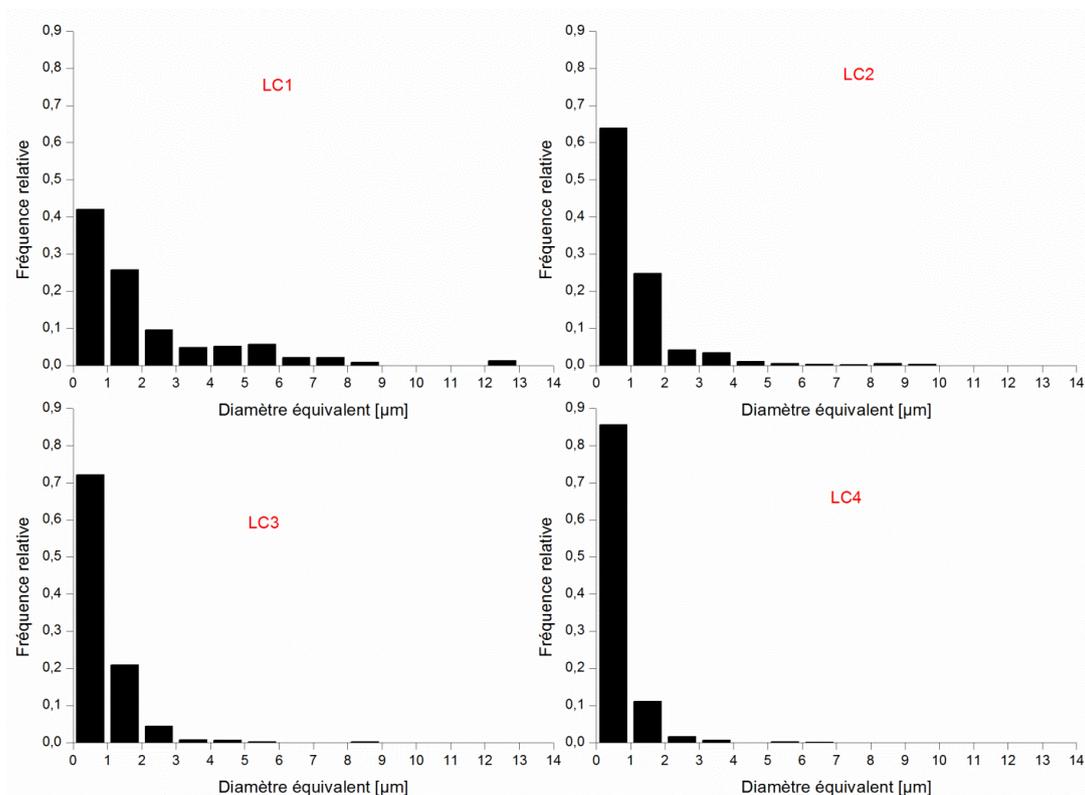


Figure II-18 : Distribution des tailles de grains suivant la ligne centrale.

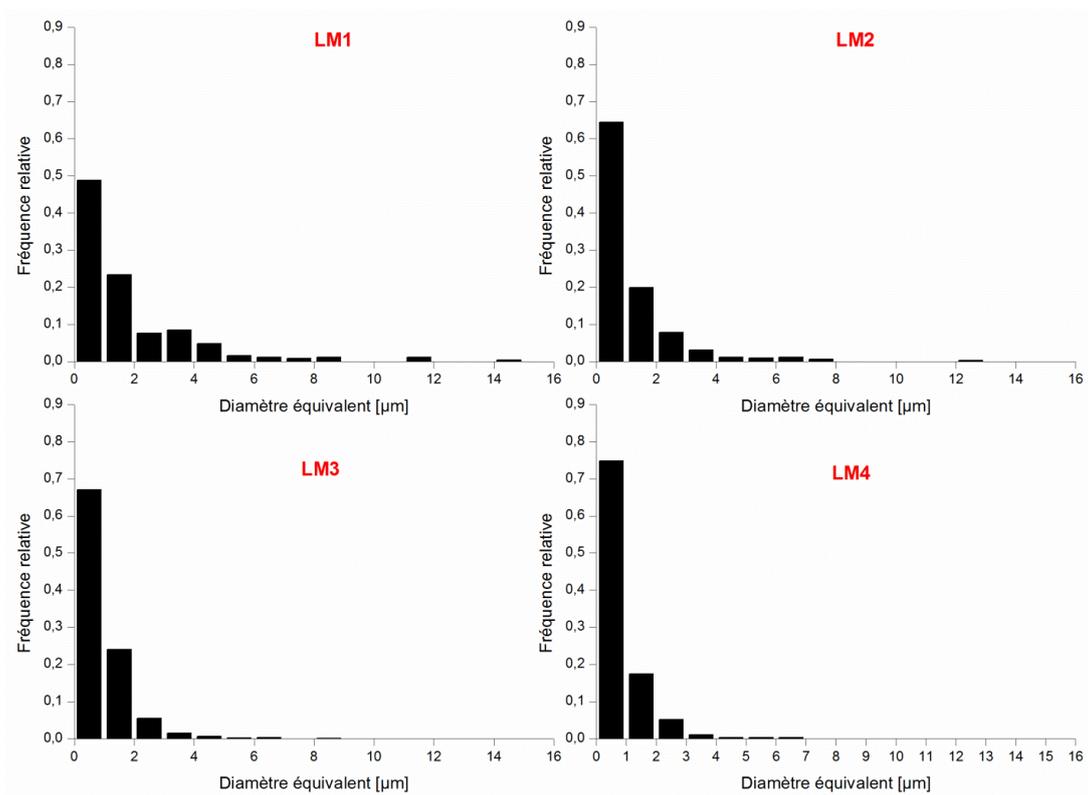


Figure II-19 : Distribution des tailles de grains suivant une ligne médiane.

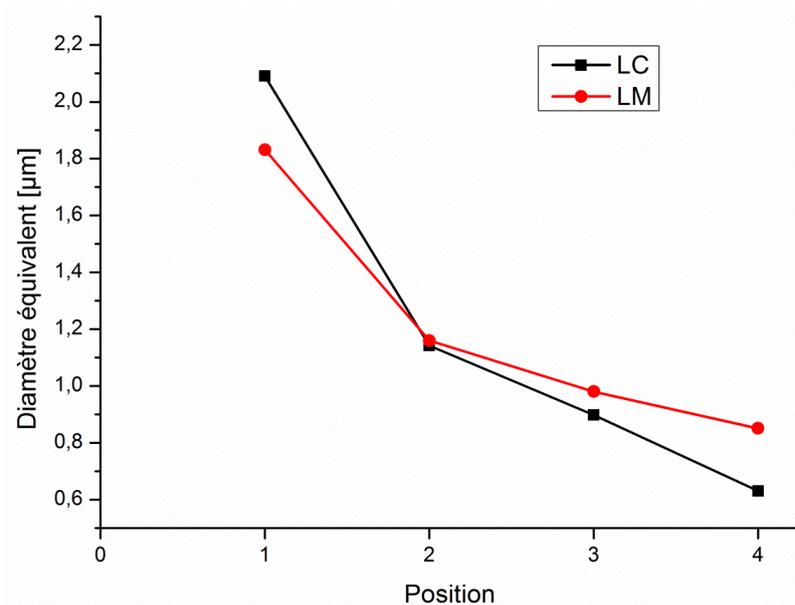


Figure II-20 : Évolution du DCE moyen des grains au cours du filage.

Pour mieux comprendre le comportement de chacune des deux populations des grains, une séparation en fonction de leur taille a été faite. Une taille critique de 1 μm est considérée pour séparer les deux populations de grains. Ainsi, les grains de taille inférieure à 1 μm sont appelés petits grains, et les grains de taille supérieure sont nommés gros grains. La Figure II-21 décrit l'évolution de la taille de chacune de ces deux populations, ainsi que la taille moyenne mesurée à partir de la cartographie complète (reproduction des données de la Figure II-20).

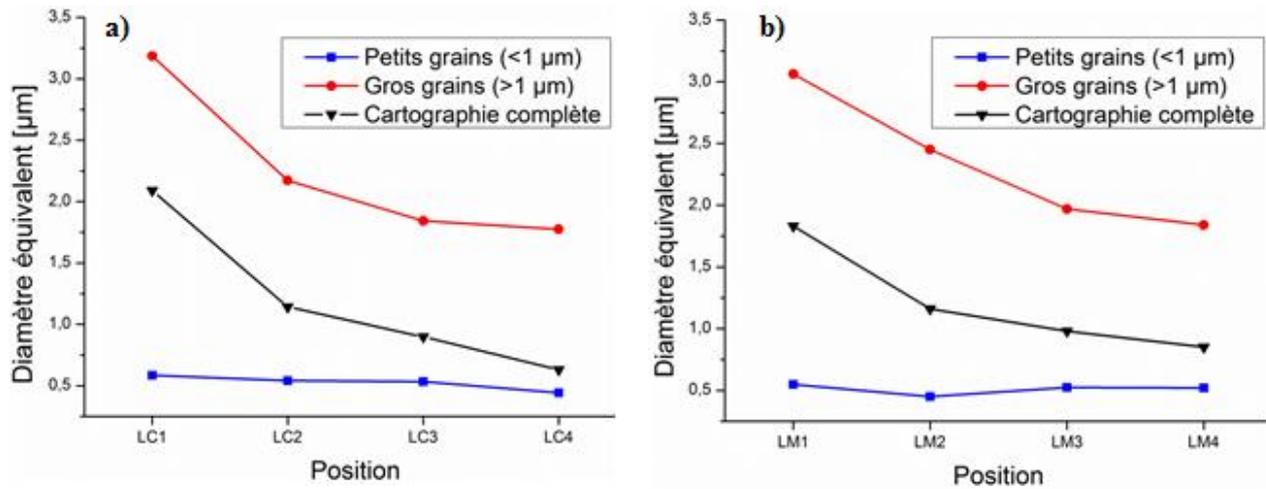


Figure II-21 : Évolution de la taille de deux populations de grains, petits et gros, ainsi que la taille moyenne mesurée à partir de la cartographie complète, suivant les deux lignes de courant : a) Ligne centrale, et b) Ligne médiane.

Ces courbes montrent que les deux populations de grains ne se comportent pas de la même manière pendant la déformation. En effet, la taille des petits grains n'évolue que très peu au cours du filage, tandis que les gros grains s'affinent considérablement. Leur taille diminue et tend à se stabiliser à partir de LC3 (au niveau du 2^{ème} congé). Par ailleurs, un affinement global de la microstructure est observé.

2.2.3.2 Méthode des intercepts

Afin de suivre l'évolution des distances moyennes entre parois de désorientation supérieure à 2° ($\theta \geq 2^\circ$), et celles entre joints ($\theta \geq 10^\circ$) lors du filage, 60 lignes dans le sens vertical (suivant l'axe de filage) et 45 lignes dans le sens horizontal (perpendiculaire à l'axe de filage) sont tracées. Cela représente un espacement entre les lignes d'environ 1 μm. Les résultats obtenus sur la ligne centrale sont présentés en Figure II-22.

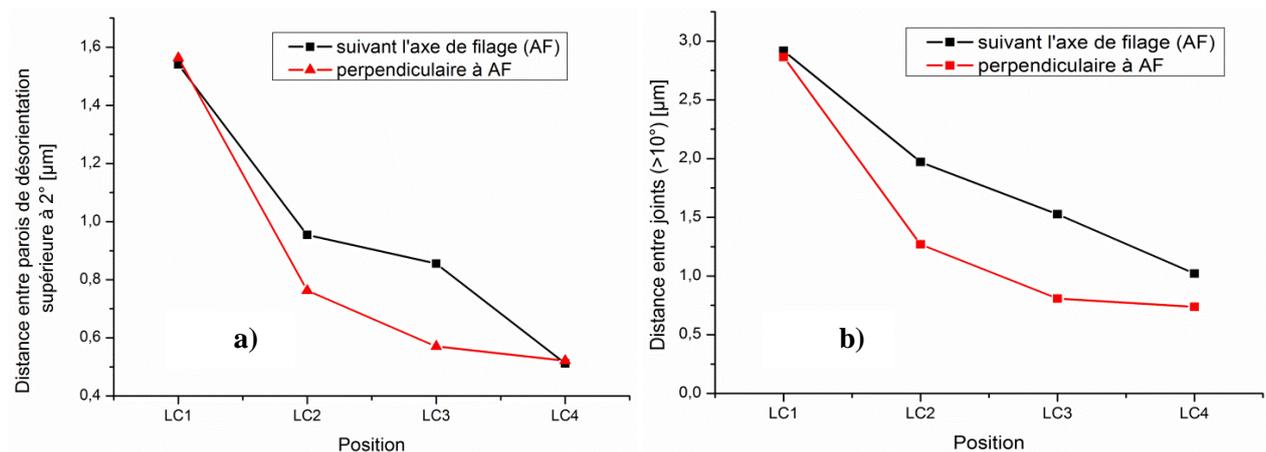


Figure II-22 : Évolution de la distance moyenne entre parois de désorientation supérieure à : a) 2° , et b) 10° suivant la ligne centrale.

Pour les deux angles de désorientation considérés, on remarque que les distances moyennes entre deux parois diminuent au cours du filage dans les deux directions (parallèle et perpendiculaire à l'axe de filage). Cette diminution semble être ralentie vers la fin du filage suivant la direction perpendiculaire à l'axe de filage (entre LC3 et LC4). D'après la Figure II-22-a, la taille des cristallites diminue avec la déformation, et ceux-ci retrouvent une forme équiaxe de 500 nm environ à la sortie du filage. La taille moyenne des grains (Figure II-22-b), en revanche, est plus grande suivant l'axe de filage que suivant sa perpendiculaire. Selon

cette méthode, les grains possèdent un rapport de forme moyen de l'ordre de 1.5 à l'état filé. De plus, comme attendu, la taille moyenne augmente avec le critère de désorientation.

2.2.4 Évolution du facteur de forme

L'évolution de la morphologie des grains est suivie sur les deux lignes de courant. Ainsi, à partir de chaque cartographie EBSD, le facteur de forme moyen est calculé pour l'ensemble des grains, mais aussi pour les deux populations de petits et de gros grains, prises séparément (Figure II-23). Sur l'ensemble des données, le facteur de forme moyen a tendance à croître avec la déformation, il est de l'ordre de 2 à LC4 et 3,4 à LM4. Comme pour la taille, une évolution vers un état stationnaire semble s'établir à partir de LC3. En regardant les deux populations de grains séparément, on s'aperçoit que la forme des petits grains change très peu au cours du filage, contrairement aux gros grains qui, eux, s'allongent et peuvent acquérir des facteurs de forme très importants (supérieur à 6 dans le cas de LM4 par exemple).

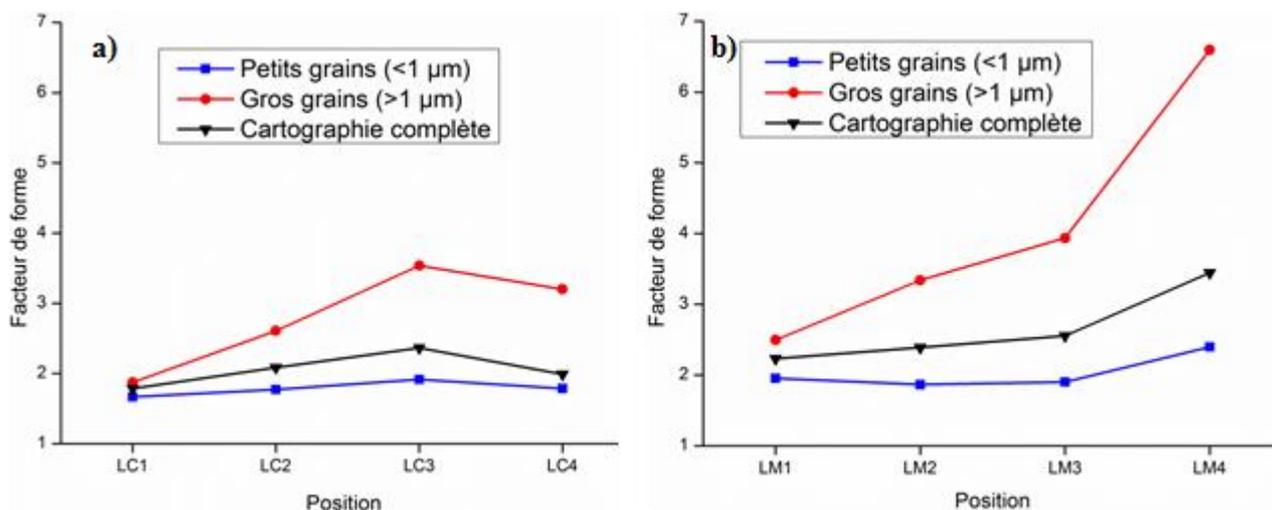


Figure II-23 : Évolution du facteur de forme moyen de deux populations de grains, petits et gros, ainsi que le facteur de forme moyen mesuré à partir de la cartographie complète, suivant les deux lignes de courant : : a) Ligne centrale, et b) Ligne médiane.

La différence de chargement thermomécanique, discutée dans le chapitre de la simulation numérique, entre lignes centrale (LC) et médiane (LM) est sans doute à l'origine des différences microstructurales observées. Les différences essentielles tiennent à la vitesse de sollicitation, et à la présence d'un cisaillement superposé au mode de déformation de la ligne médiane.

2.2.5 Évolution des angles de désorientation

Afin de déterminer les proportions de parois à fortes et à faibles désorientations, la distribution des angles de désorientation corrélée est utilisée (l'angle de désorientation minimal pris en compte est fixé à 2°). La distribution des angles de désorientation à différents stades de la ligne centrale est donnée en Figure II-24. Sur chaque graphique, les proportions des parois fortement désorientées ; $\theta \geq 10^\circ$ (ou HAB pour *High Angle Boundaries*) et de parois faiblement désorientées ; $\theta < 10^\circ$ (ou LAB pour *Low Angle Boundaries*) sont indiquées. L'angle de désorientation moyen θ_m est aussi donné.

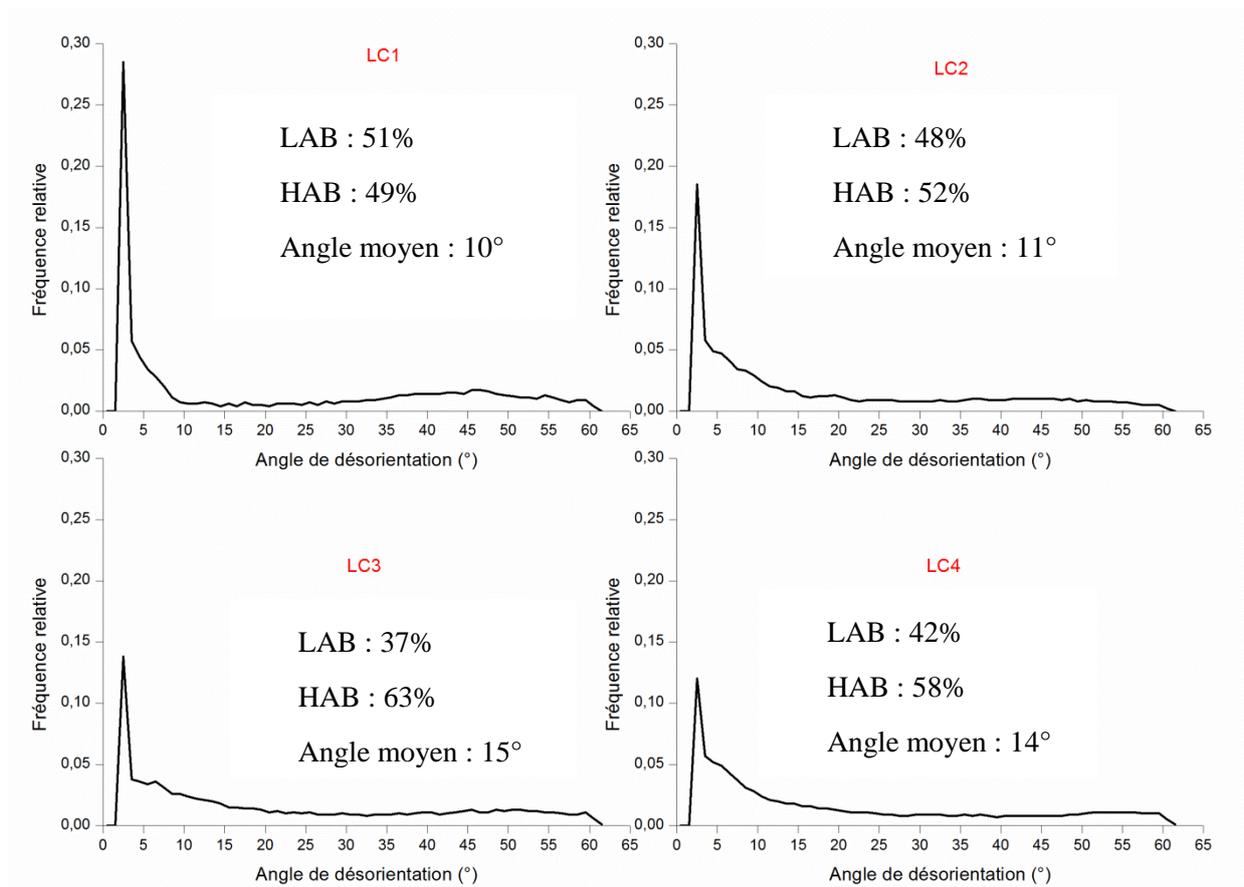


Figure II-24 : Distribution des angles de désorientation suivant la ligne centrale du culot de filage.

D'après ces courbes, on remarque que la fraction de parois de faible désorientation diminue au cours du filage, pour ensuite tendre vers un équilibre avec la fraction de parois de forte désorientation (Figure II-25-a). En effet, au début de filage (LC1), 51% des parois présentes dans la microstructure sont désorientées de moins de 10° (LAB), ce qui montre une présence importante de sous-joints, formés notamment lors de l'étape de consolidation qui précède le passage dans la filière. Cette proportion se stabilise à 40% environ à l'issue de filage. Ceci traduit la transformation progressive de sous-joints en nouveaux joints en raison des rotations cristallines différentes des sous-grains adjacents sous l'effet de la déformation. L'angle de désorientation moyen (θ_m) au cours du procédé est compris entre 10° et 15°.

Sur la ligne médiane (Figure II-25-b), une diminution plus importante de la fraction des LAB est observée. Elle passe de 57% au début de filage (LM1) à seulement 29% à l'état filé (LM4). Contrairement à la ligne centrale où un état stationnaire semble être atteint à partir de LC3, la tendance est encore à la baisse sur la ligne médiane. Cette tendance est cohérente avec l'évolution du facteur de forme observée pour les deux lignes de courant (Figure II-23). En effet, sur la ligne centrale les effets microstructuraux semblent se stabiliser à partir de LC3, alors que ceux-ci semblent se poursuivre pour la ligne médiane, ce qui pourrait être l'effet du cisaillement. Il importe de noter que la majorité des sous-joints est associée à de très faibles désorientations (inférieures à 3°).

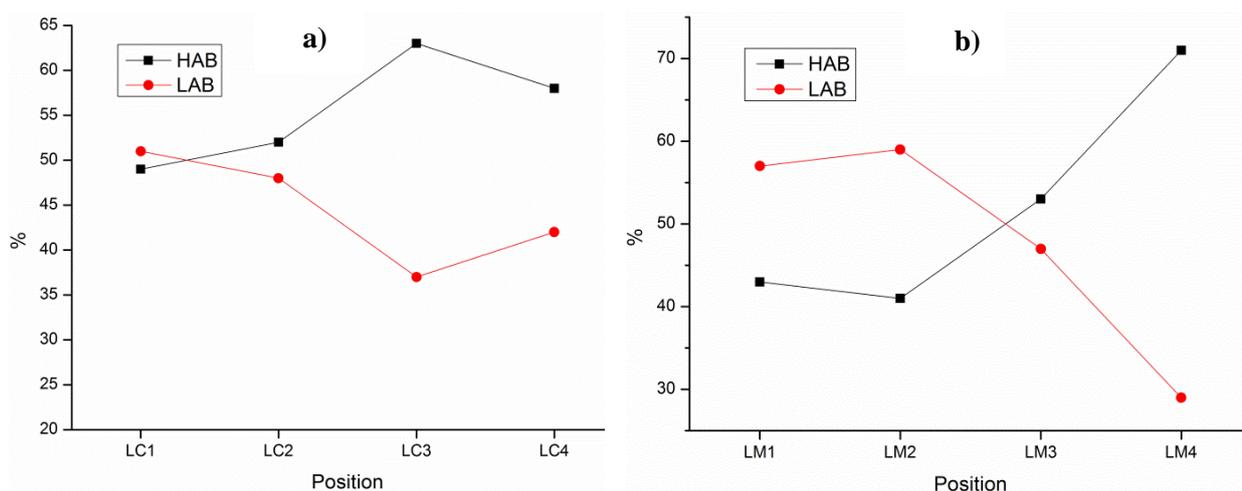


Figure II-25 : Évolution de la proportion de LAB et de HAB au cours du filage suivant la ligne : a) centrale et b) médiane.

2.2.6 Évolution des désorientations intra-granulaires

À l'aide de la fonction «Local Misorientation¹» intégrée dans le logiciel HKL, il est possible de quantifier les désorientations au sein des grains en considérant un angle critique pour définir un joint de grain, et un nombre de pixels voisins pris en compte. Dans cette étude, nous utilisons le terme KAM pour faire référence à ce paramètre. Le KAM (Kernel Average Misorientation) est calculé pour le 3^{ème} voisins, et un angle critique de 10° est considéré. La Figure II-26 indique l'évolution de ce paramètre suivant la ligne centrale (*Voir annexe A-3 pour les cartographies correspondantes*).

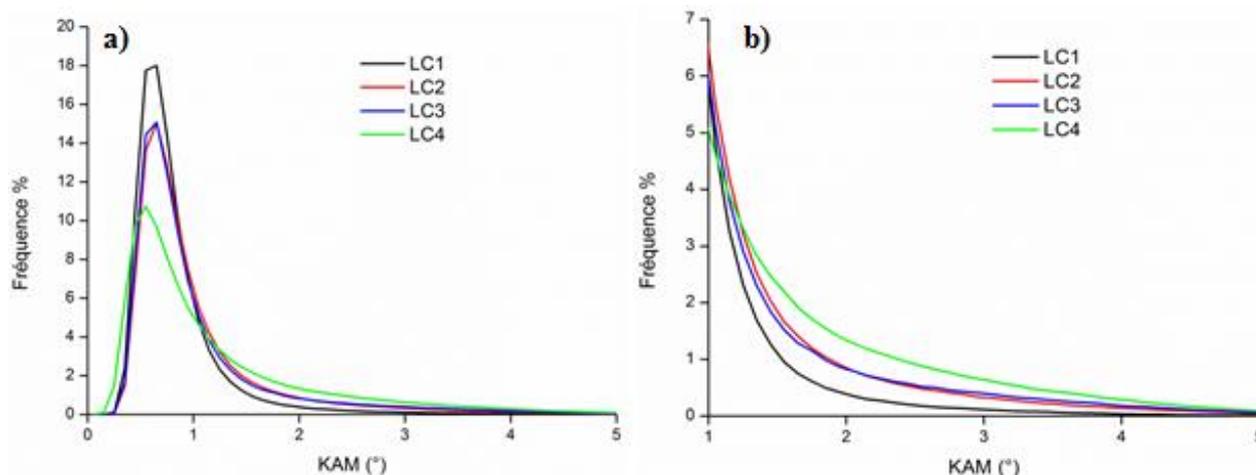


Figure II-26 : Évolution du KAM suivant la ligne centrale du culot de filage.

Pour l'ensemble des cartographies de la ligne centrale, la microstructure présente des niveaux de désorientations intra-granulaires faibles; le maximum ne se déplace pas et reste inférieur à 1° (Figure II-26-a). Néanmoins, si on se focalise sur la plage [1-5°], on observe un élargissement de la distribution du KAM vers des valeurs plus élevées en passant de LC1 à LC4 (Figure II-26-b). Cette observation peut être le signe de la création de parois de dislocations générant des désorientations intragranulaires plus importantes et traduisant la formation d'une sous-structure en cellule de dislocations. Ces sous-joints, se créant au cours du filage, vont voir leur désorientation augmentée avec la déformation, et une partie d'entre eux peut se

¹ Cette fonction est équivalente au KAM (Kernel Average Misorientation) incorporé dans le logiciel TSL.

transformer en joints conformément à ce qui est observé sur la Figure II-24. C'est le signe d'une recristallisation dynamique continue.

Par ailleurs, à partir de la valeur moyenne de ces désorientations intragranulaires θ , il est possible d'estimer la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) présentes dans le matériau via la formule proposée par [Kubin, L. P., *et al.* - 2003] :

$$\rho_{GND} = \frac{2\theta}{xb}$$

Avec x le rayon du kernel (150 nm), et b la norme du vecteur de burger (0.248 nm pour le fer α).

Pour une désorientation intragranulaire moyenne proche de 1° , la densité moyenne de dislocations géométriquement nécessaires est donc d'environ $9 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Cette valeur est proche de celles calculées par [Praud, M. - 2012] sur d'autres nuances ODS ferritiques filées ($\sim 10^{14} - 10^{15} \text{ m}^{-2}$), en utilisant le MET.

Il importe enfin de souligner que le KAM dépend du pas de mesure et du nombre de voisins pris en compte. Il est évident que les valeurs du KAM augmentent avec ces deux paramètres. Ici, le pas de mesure étant très fin (50 nm), les valeurs restent faibles. La Figure II-27 montre cette dépendance pour deux rayons de Kernel différents : 150 nm (3^{ème} voisins) et 250 nm (5^{ème} voisins). Ces valeurs correspondent à l'état filé de la nuance ODS de référence (LC4).

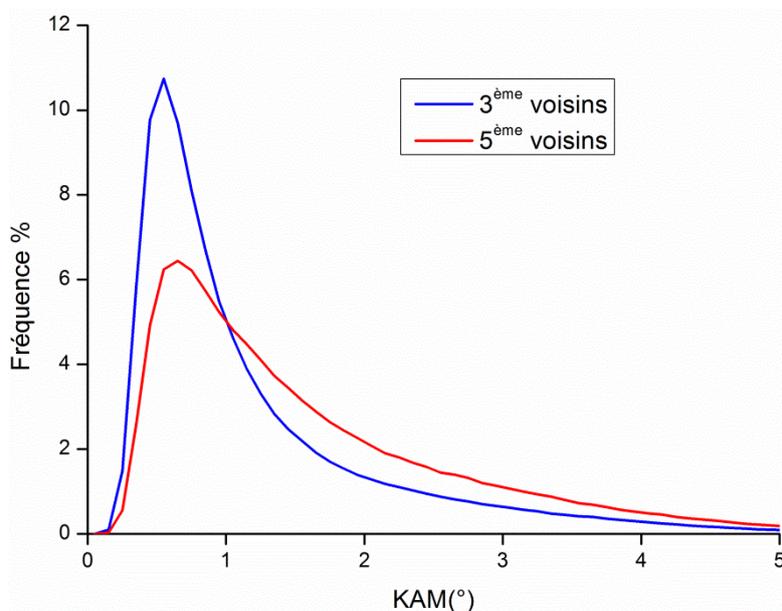


Figure II-27 : Évolution du KAM en fonction du nombre de voisins interrogés.

2.2.7 Synthèse partielle

À l'issue de ces analyses microstructurales réalisées sur un culot de filage de l'acier ODS de référence (14Cr-1W-0.3Ti-0.25Y₂O₃), il ressort que le matériau présente une microstructure hétérogène, constituée de petits et de gros grains. Le comportement de chacune de ces deux populations de grains au cours du filage semble être différent. En effet, les petits grains se comportent comme des billes dures qui se déforment très peu. Les gros grains, au contraire plus « mous », ont une capacité plus grande à se déformer et se texturer. Lors de la déformation, ces gros grains s'allongent et se morcellent par la formation de sous-structures en cellules de dislocations. Ces parois faiblement désorientées vont ensuite évoluer progressivement avec la déformation jusqu'à se transformer en joints, et donner lieu à des « nouveaux grains ». Ce mécanisme est connu sous le nom de **la recristallisation dynamique continue**. Il faut aussi noter que ce mécanisme induit un effet de taille. Plus un grain est petit, plus sa morphologie est stable, car

son équilibre nécessite une migration de ses parois sur de plus courtes distances. Les gros grains, en revanche, s'allongent davantage.

La différence de dureté entre gros et petits grains viendrait potentiellement d'un effet de taille (effet Hall-Petch), et expliquerait pourquoi les petits se déforment très peu. Cette différence de comportement sous chargement entre ces deux populations de grains est en effet très générale, et ne dépend pas de la température. Des essais de traction in-situ effectués à froid sur un ODS à 14% de chrome concluent aux mêmes résultats ; les gros grains se déforment et se texturent au cours de la déformation, tandis que les petits ne se déforment quasiment pas [Boulnat, X. - 2014].

Enfin, compte tenu des facteurs de forme importants que certains grains peuvent acquérir durant le filage, la fragmentation des grains par recristallisation dynamique géométrique est également probable.

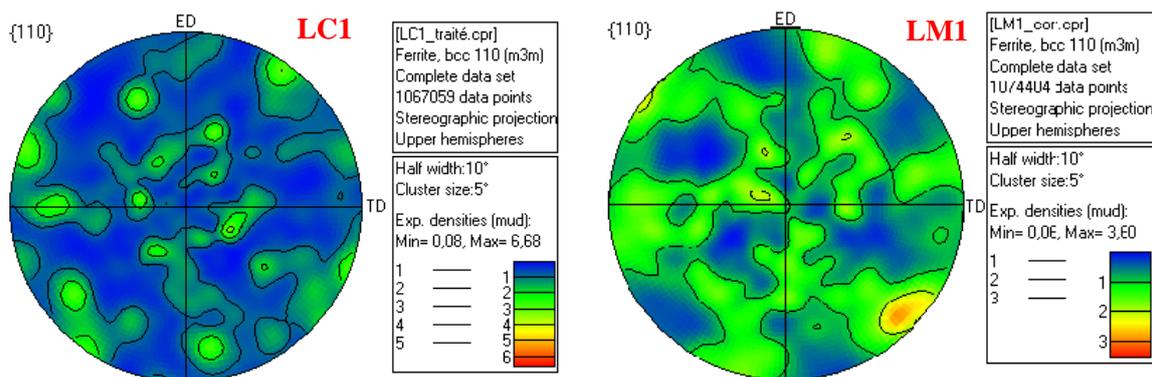
2.2.8 Évolution de la texture cristallographique en filage

Au cours du filage, les aciers ODS développent une texture cristallographique de fibre α très marquée (la fibre α correspond aux directions cristallines $\langle 110 \rangle$ parallèles à la direction du filage). Nous avons voulu suivre la formation de cette texture à deux échelles différentes : une échelle locale (microscopique) à l'aide de l'EBSD, et une échelle plus large (mésoscopique) grâce à la diffraction des Rayons X (DRX).

2.2.8.1 Texture locale EBSD

La technique EBSD permet d'analyser la texture cristallographique du matériau à une échelle locale (la surface scannée est de 2 à 3 ordres de grandeur plus petite que pour la DRX). À partir des mesures EBSD faites sur les 8 échantillons et présentées en Figure II-17, il est possible d'afficher les orientations de chaque cartographie sur des figures de pôles directes (Projection stéréographique des directions cristallines sur le repère de l'échantillon). Le repère lié à l'échantillon est défini selon la direction d'extrusion (ED), la direction transversale (TD) et la direction normale (ND). ND est au centre des figures de pôles. Ainsi, l'évolution de la texture suivant les deux lignes de courant est représentée sous forme de figures de pôles $\{110\}$ (Figure II-28).

Au début du filage (LC1 et LM1), aucune texture cristallographique n'est observée. Au cours de la déformation, le matériau présente une rotation des réseaux cristallins qui a pour effet d'aligner les directions $\langle 110 \rangle$ avec l'axe de filage. Ainsi, le matériau se texture et les figures de pôles $\{110\}$ admettent une symétrie de révolution autour de l'axe de filage. Cette texture cristallographique de type fibre α est une texture de déformation classiquement associée au procédé de filage à chaud des nuances ODS, et de manière plus générale, des métaux de structure cubique centrée. La texturation s'accroît avec la déformation, et conduit à un matériau filé fortement texturé.



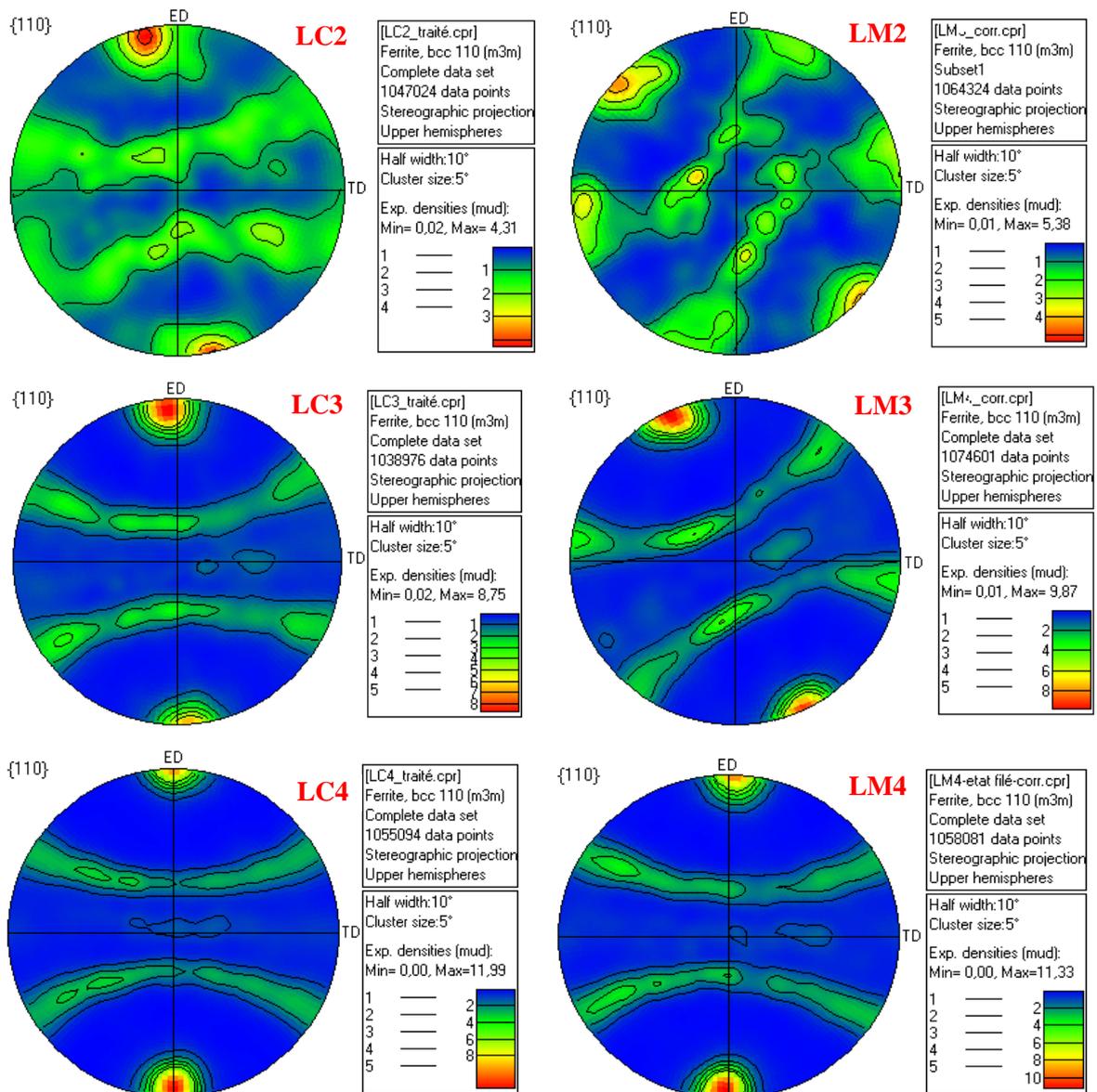


Figure II-28 : Figures de pôles directes {110} correspondantes aux différentes cartographies de la Figure II-17.

2.2.8.2 Texture globale DRX

Les mesures de texture en DRX ont été faites uniquement sur les échantillons de la ligne centrale (LCi).

Les figures de pôles {110} recalculées sont données en Figure II-29. On note la formation et l'intensification de la fibre α au cours du procédé de filage. L'acuité de cette fibre peut être caractérisée par l'indice de texture J , qui définit l'écart d'une texture donnée avec une distribution d'orientations aléatoires. Il vaut 1 pour une texture isotrope.

À l'exception de l'échantillon LC1, toutes les zones analysées sur les autres échantillons présentent globalement la même texture de fibre α . Au vu des valeurs de densité mesurées (inférieures à 2) et l'indice de texture ($J = 1,3$), l'échantillon LC1 est isotrope. En revanche, pour les autres échantillons, on observe une évolution de l'orientation de la fibre et de l'acuité de la texture. Les indices de textures, ainsi que les valeurs et positions des maxima de densité relevés sur les figures de pôles {110}, sont indiqués dans le Tableau II-3.

L'échantillon LC2 présente un indice de texture de 4,1 et la position du maximum de densité à $\chi = 85^\circ$ et $\varphi = 170^\circ$, indiquant une rotation de 5° de la direction $\langle 110 \rangle$ autour de TD, et un écart de cette direction $\langle 110 \rangle$ de 10° par rapport au plan (ED, ND). Cette désorientation diminue à 5° dans l'échantillon LC3, tandis que la direction $\langle 110 \rangle$ présente toujours la même inclinaison de 5° par rapport à ED. L'intensité de la texture est plus élevée sur cet échantillon avec un coefficient d'anisotropie de 5,6.

Pour l'échantillon LC4, la figure de pôles correspond à une texture de type fibre α très marquée ($J=8,2$), avec le maximum de densité des pôles $\{110\}$ à $\chi = 90^\circ$ et $\varphi=0^\circ$. La direction $\langle 110 \rangle$ est parallèle à ED (axe de filage).

Tableau II-3: Indice de texture, position et valeur des maxima de densité relevés sur les figures de pôles $\{110\}$ pour les échantillons LC2, LC3 et LC4.

Échantillon	LC2	LC3	LC4
Indice de texture J	4,1	5,6	8,2
Position et valeur des maxima	8,3 à $\chi = 85^\circ$ et $\varphi = 170^\circ$ 5,4 à $\chi = 90^\circ$ et $\varphi = 350^\circ$	11,5 à $\chi = 85^\circ$ et $\varphi = 175^\circ$ 8,0 à $\chi = 90^\circ$ et $\varphi = 355^\circ$	16,18 à $\chi = 90^\circ$ et $\varphi = 0^\circ$

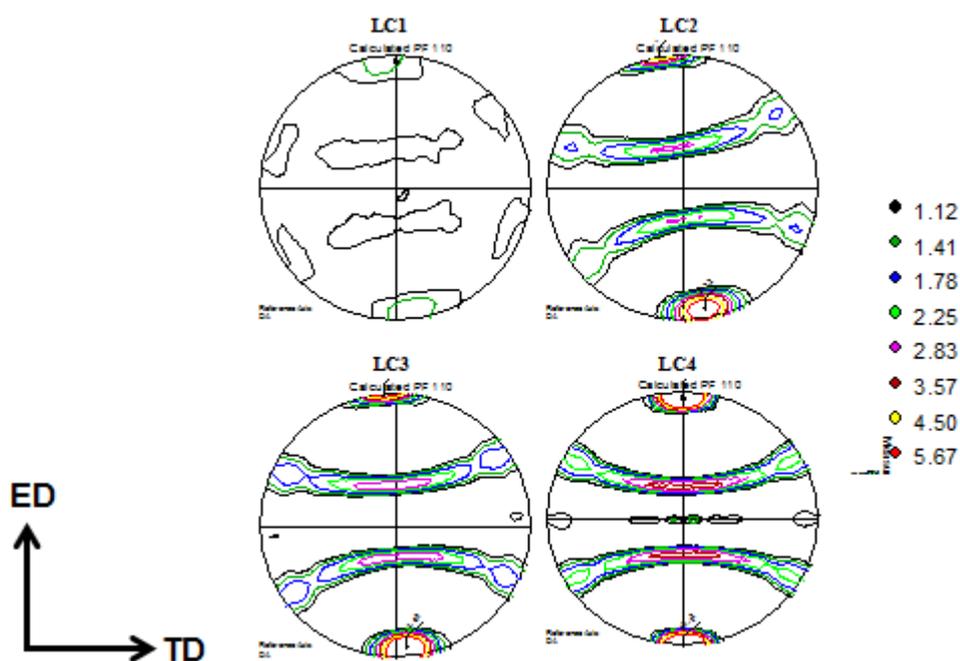


Figure II-29 : Figures de pôles $\{110\}$ obtenues par DRX sur la ligne centrale du culot de filage de la nuance ODS de référence.

Par ailleurs, la Figure II-30 présente l'évolution de l'indice de texture, mesuré par DRX, avec la déformation plastique subit par la matière pendant l'opération du filage, suivant la ligne centrale.

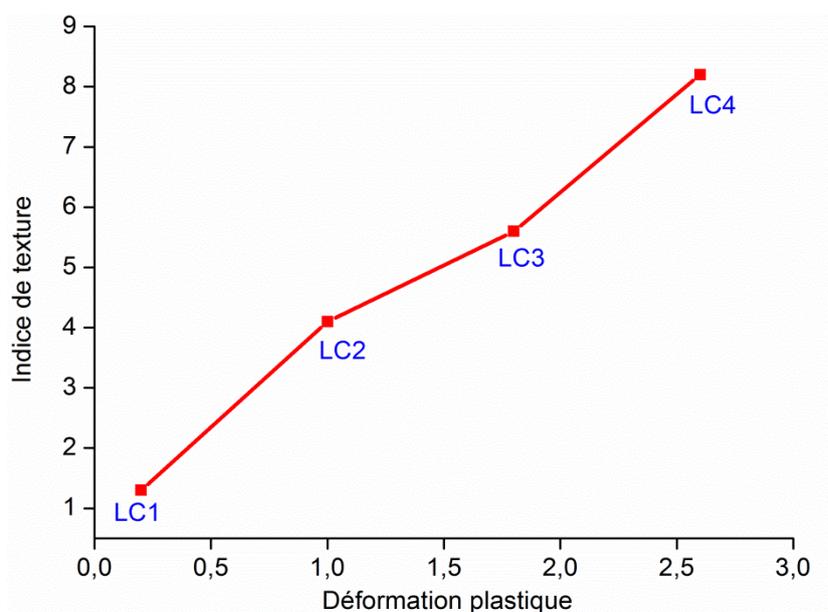


Figure II-30: Évolution de l'indice de texture suivant la ligne centrale.

Remarque : Les deux techniques de diffraction (EBSD et DRX) s'accordent sur la nature de la texture.

2.3 Caractérisation de la nuance renforcée Ti

2.3.1 Caractérisation des précipités au MET

Une analyse des précipités présents dans cette nuance a été réalisée par Microscopie Electronique en Transmission (MET). Les lames sont prélevées parallèlement à la direction de filage dans la matière filée. Ensuite, par polissage mécanique des deux côtés, leur épaisseur a été réduite à 100 μm environ. À partir des lames ainsi obtenues, plusieurs disques de 3 mm de diamètre ont été poinçonnés, et électropolis à -10°C dans une solution d'acide perchlorique (10%) et d'éthanol (90%) jusqu'à obtention d'un trou dans l'échantillon.

Certaines images MET à différents grossissements, ainsi que le diagramme de distribution de tailles des précipités, sont présentés en Figure II-31. Les particules sont présentes majoritairement au sein des grains avec une répartition peu homogène. Certaines zones avec une densité moindre en précipités ont été observées. L'analyse des clichés obtenus conduit à la distribution de tailles des précipités indiquée dans la Figure II-31-f (mesures basées sur 350 précipités). Le diamètre moyen des nanoparticules est de 45 nm et leur densité volumique est de l'ordre de $1,3 \cdot 10^{20}/\text{m}^3$, soit une fraction volumique de 2,7% environ. L'analyse chimique de ces précipités montre qu'ils sont riches en titane et en oxygène, probablement sous forme d'oxydes de titane TiO_2 (Figure II-32).

Les précipités dans cette nuance sont plus gros et moins nombreux, comparés à la nuance ODS de référence. Leur effet Zener est donc moins important ($Z \propto \frac{\text{Fraction volumique des particules}}{\text{Rayon des particules}}$), ce qui facilite la mobilité des joints de grains et des dislocations présentes au sein du matériau au cours du filage.

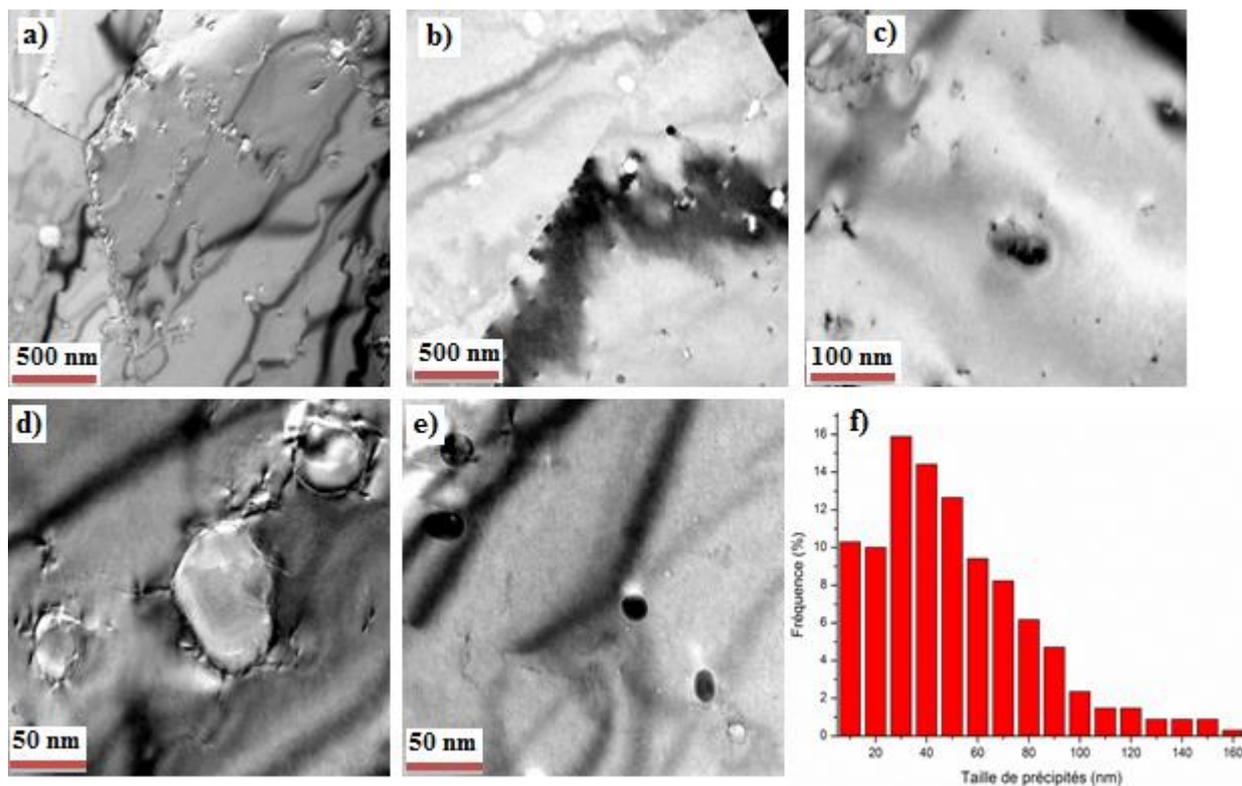


Figure II-31 : (a-e) Clichés MET de la précipitation dans la nuance renforcée Ti, et (f) distribution de tailles de précipités.

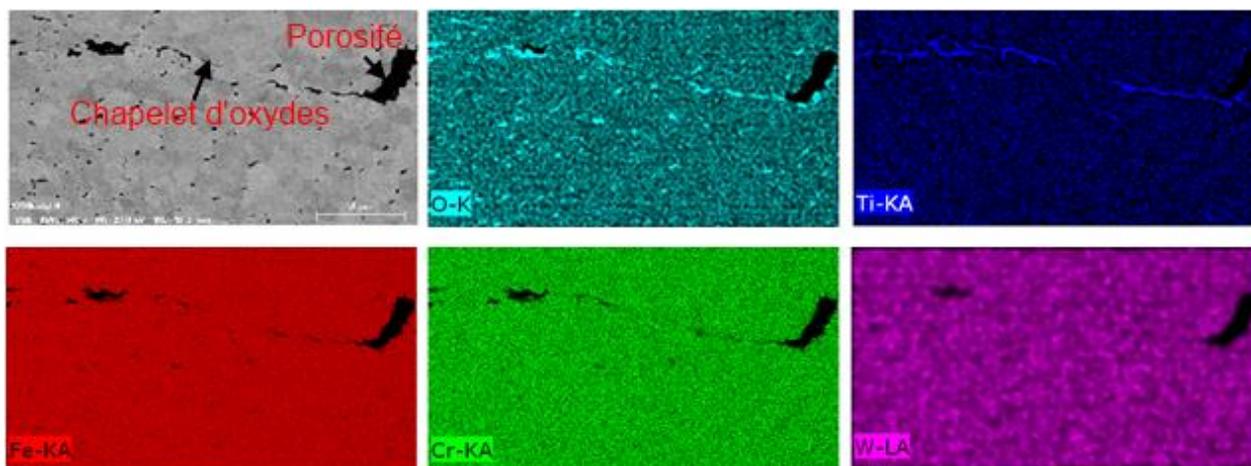


Figure II-32 : Analyse chimique des précipités présents dans la nuance renforcée en titane à l'EDX (Energy Dispersive X-ray).

2.3.2 Caractérisation du culot de filage

Le culot de filage de la nuance renforcée en titane (Ti) a été caractérisé à différents stades suivant la ligne centrale. Quatre échantillons, référencés Ti-LCi ($i=1, 2, 3$ et 4), ont été ainsi observés en EBSD avec un pas de mesure de 400 nm. Le positionnement de ces échantillons sur le culot de filage est similaire à celui schématisé en Figure II-12. Les cartographies obtenues ($400 \times 1000 \mu\text{m}^2$) sont présentées en Figure II-33, et les figures de pôles $\{110\}$ associées en Figure II-34. Par ailleurs, la distribution des tailles de grains, ainsi que l'évolution des valeurs moyennes de taille de grains et du facteur de forme, sont indiquées en Figure II-35 et en Figure II-36, respectivement.

Sur les clichés EBSD, on observe une évolution significative de la microstructure dès les premières étapes du filage. Les grains ont tendance à s'allonger très vite (un facteur de forme moyen de l'ordre de 2.4), et se charger en sous-structures. À partir de Ti-LC2, les gros grains commencent à se morceler en «nouveaux petits grains» tout en gardant la même orientation cristallographique. Ce processus conduit à un affinement de la microstructure et une diminution du facteur de forme (Figure II-36). L'augmentation de la proportion des grains de petites tailles est aussi remarquée sur les histogrammes de la Figure II-35. À l'état filé (Ti-LC4), le matériau présente une microstructure de texture de fibre α très marquée avec des grains relativement équiaxes de taille moyenne de 7 μm environ. Il est clair que cette microstructure est plus grossière que celle de l'acier ODS de référence présenté précédemment (de l'ordre de 1 μm).

De plus, une texture marquée s'établit à des niveaux de déformation faible (Ti-LC2), et continue à s'intensifier jusqu'à la sortie de la filière (Figure II-34). Comme dans la nuance ODS de référence, cette évolution de la microstructure au cours de la déformation peut être attribuée au mécanisme de recristallisation dynamique continue. L'augmentation progressive de la désorientation des sous-joints pendant le filage, comme l'illustre la Figure II-37, est le signe caractéristique de ce processus.

Par ailleurs, on note la présence de quelques grains avec des orientations cristallographiques différentes de la matrice. Ces grains peuvent être hérités de la microstructure de départ, ou alors issus d'une recristallisation dynamique discontinue (germination et croissance) pendant le filage. En effet, en raison de la faible précipitation intergranulaire, les joints de grains sont plus mobiles dans cette nuance que dans la nuance ODS de référence. Cette mobilité pourrait favoriser la formation des «nouveaux germes», qui croissent pour devenir des grains.

La faible proportion des obstacles de taille très fine (90% des précipités ont une taille supérieure à 10 nm, comme illustré en Figure II-31-f) permet aussi un mouvement plus fluide des dislocations. Ces dernières s'organisent donc plus facilement pour former des parois faiblement désorientées ou s'empilent sur les parois déjà existantes, contribuant ainsi à l'augmentation de leurs désorientations et à la création des «nouveaux joints». Une concurrence entre les mécanismes gérés par la mobilité des joints de grains et ceux liés à la mobilité des dislocations est donc probable. Ici, les mécanismes liés aux dislocations l'emportent, favorisant ainsi le processus de recristallisation dynamique continue. Ce processus est aussi observé dans d'autres matériaux de forte énergie de défauts d'empilement pendant leur déformation à chaud, comme les aciers ferritiques [Kim, Sung-II, *et al.* - 2002], [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2005], [Oudin, A., *et al.* - 2008], et l'aluminium et ses alliages [Castan, C., *et al.* - 2013].

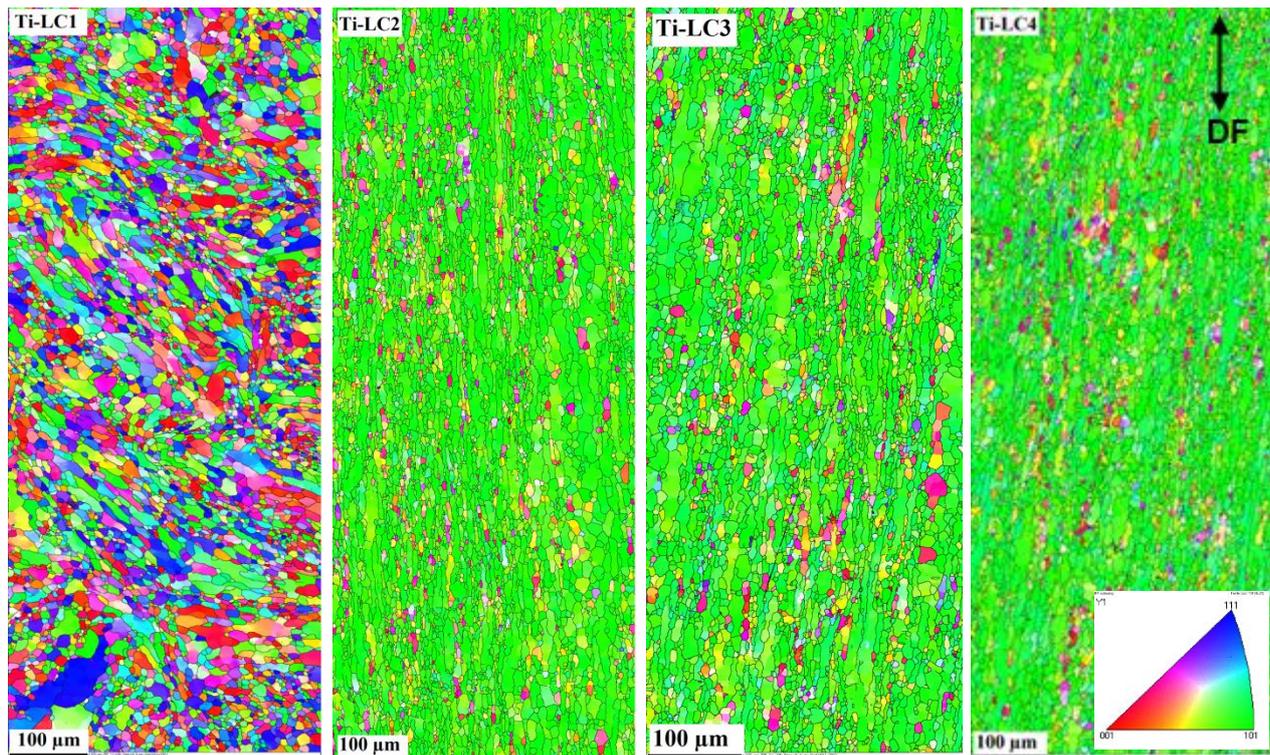


Figure II-33 : Cartographies EBSD montrant l'évolution de la microstructure au cours du filage à chaud de la nuance renforcée en titane.

Remarque : *Un autre mode de représentation de ces résultats EBSD, sous forme des cartographies des joints de grains, est reporté en annexe A-4. Pour bien visualiser la microstructure, seule une partie de chaque cartographie (400*200 μm²) est présentée.*

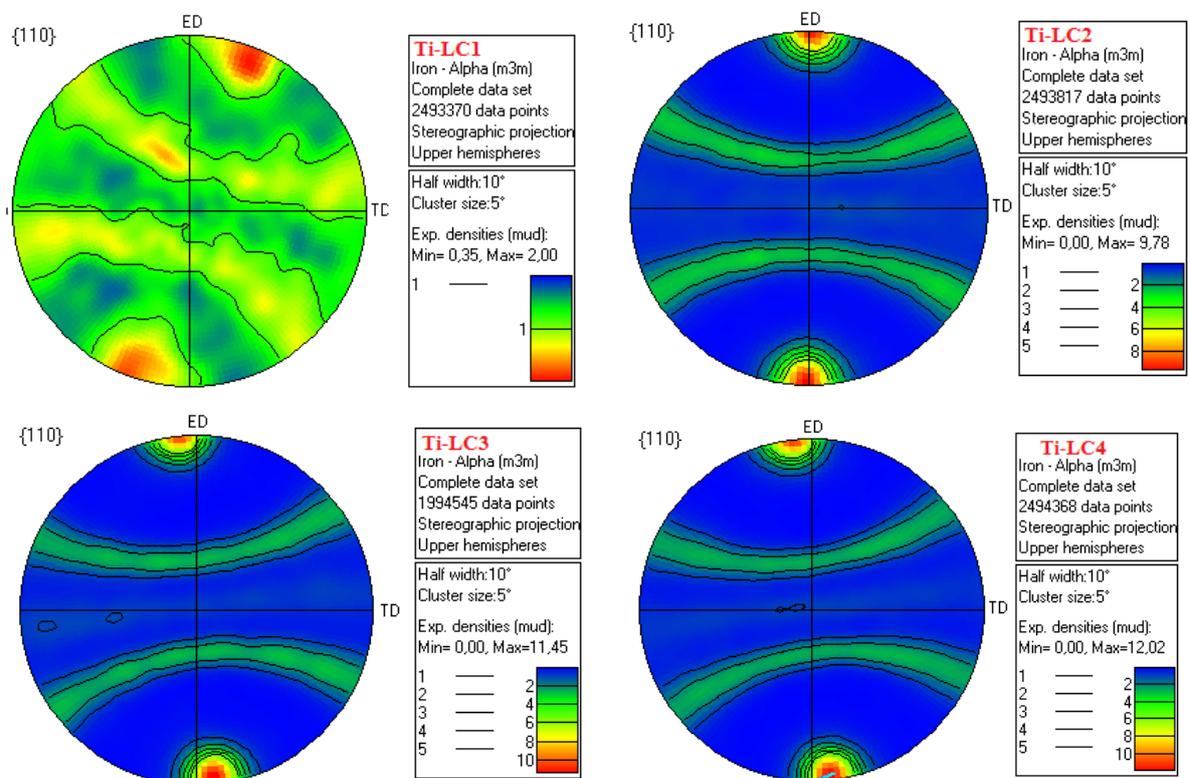


Figure II-34 : Figures de pôles directes {110} correspondant aux différentes cartographies de la Figure II-33.

L'ensemble de ces analyses montrent que la cinétique de recristallisation dynamique n'est pas la même dans les deux nuances étudiées. Elle est plus rapide et complète dans la nuance renforcée en titane, et conduit à la formation d'une microstructure relativement homogène. En revanche, dans la nuance ODS de référence, le mouvement des dislocations est ralenti par la fine dispersion d'oxydes ; leur réorganisation est donc plus difficile. À l'issue du filage, l'acier ODS présente encore des grains allongés notamment sur la ligne médiane (Figure II-17) ; le morcellement et la fragmentation de ces grains n'est que partiel (voir aussi les cartographies de contrastes des bandes en annexe 1). La taille et la densité de la précipitation semblent donc jouer un rôle important sur l'évolution de la microstructure en filage en modifiant la mobilité des dislocations.

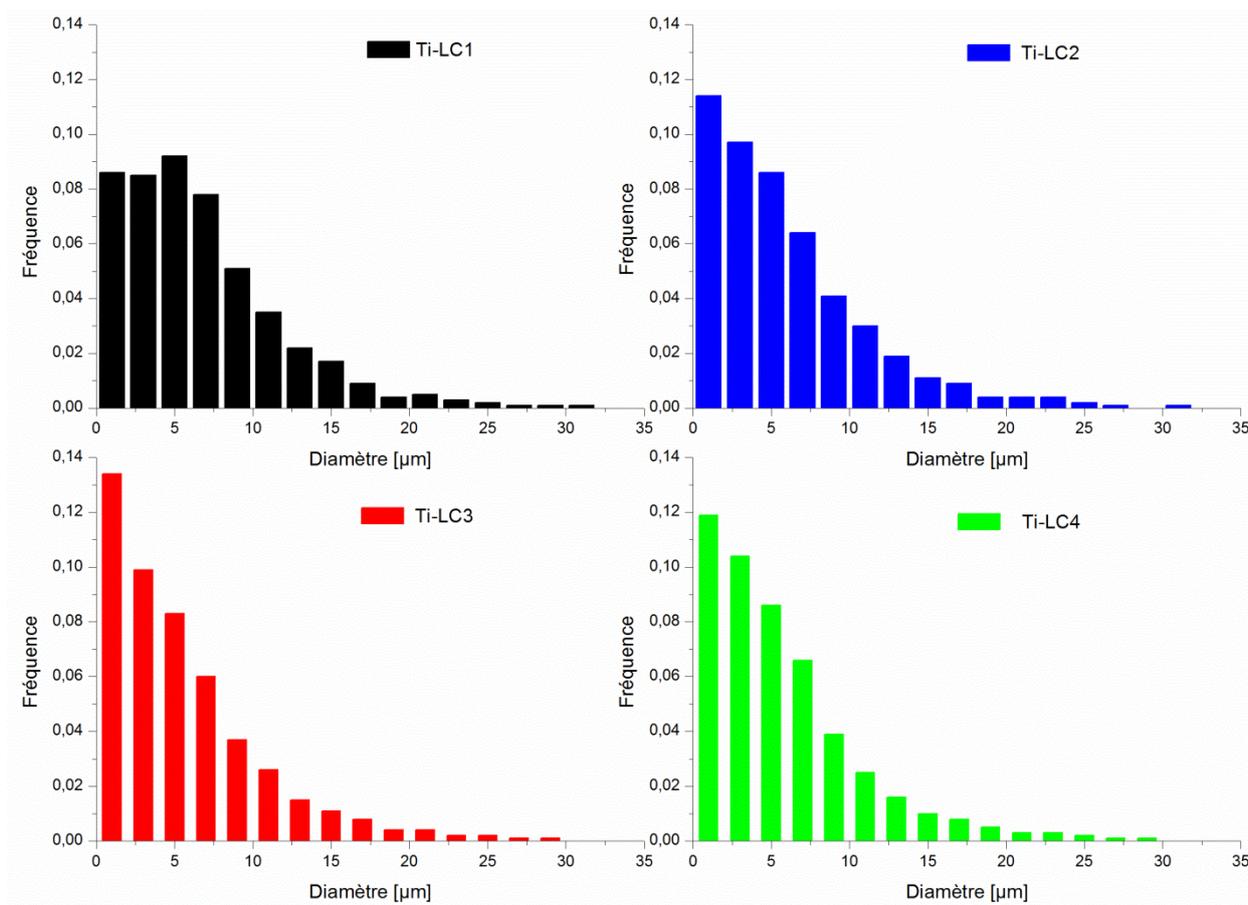


Figure II-35 : Distribution des tailles de grains suivant la ligne centrale du culot de filage de la nuance renforcée titane.

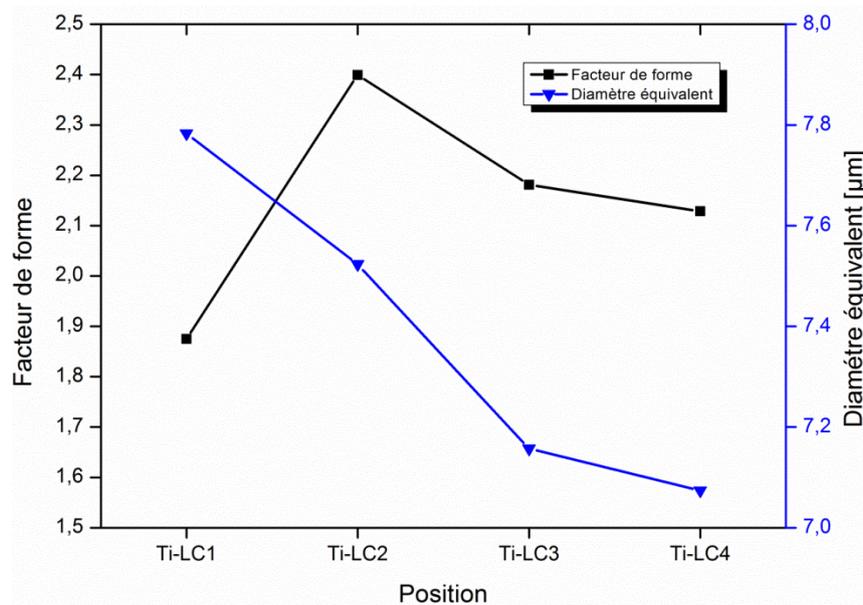


Figure II-36 : Évolution de la taille des grains et du facteur de forme suivant la ligne centrale du culot de filage de la nuance renforcée titane.

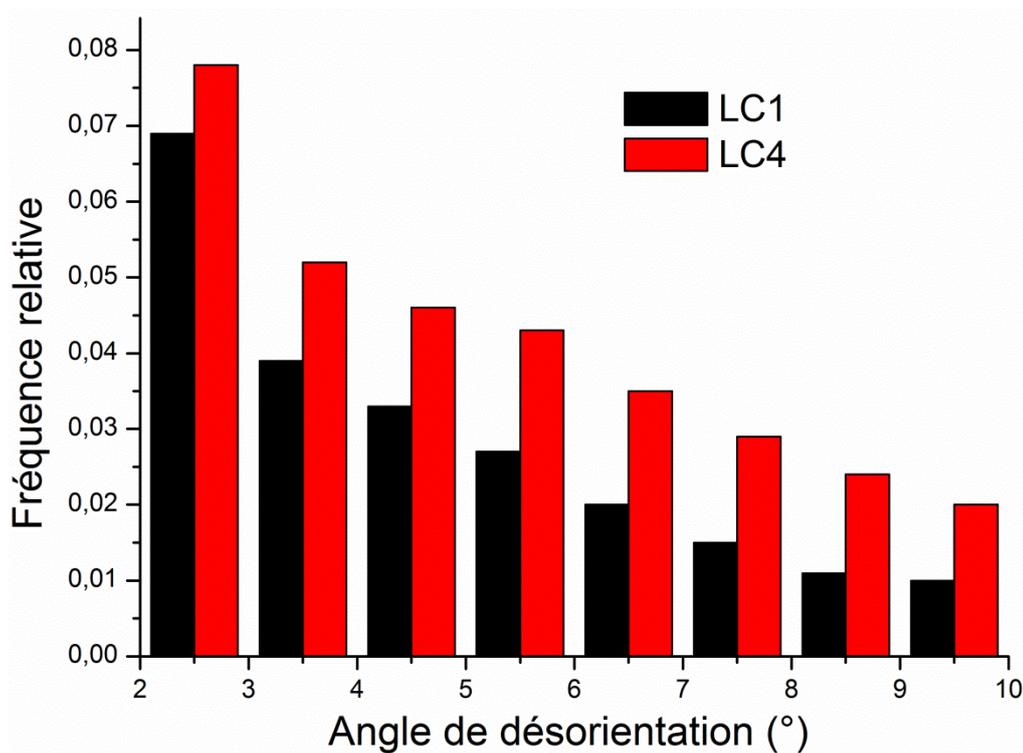


Figure II-37: Distribution des angles de désorientation des parois faiblement désorientées pendant le filage de la nuance renforcée en titane.

2.4 Caractérisation de la nuance non renforcée

2.4.1 Cartographies d'orientations cristallines

Comme pour les deux nuances précédentes, l'évolution de la microstructure dans la nuance non renforcée pendant l'opération de filage a été également étudiée. Les observations ont été faites sur une

coupe longitudinale suivant la ligne centrale à trois positions différentes : l'état 0 (LC1), l'état filé (LC4) et un état intermédiaire (LC2). Les cartographies EBSD obtenues sont présentées en Figure II-38.

Ces observations indiquent la présence d'une microstructure biphasée composée de :

- Gros grains ferritiques de taille supérieure à 10 μm .
- Paquets de lattes martensitiques (correspondant aux zones noires mal indexées sur les cartographies d'orientations cristallines, environ 10% surfacique), reconnaissables par leur relation d'orientations cristallographiques avec la phase mère. Ces lattes sont visualisées en utilisant un pixel plus fin, 100 nm (Figure II-39).

L'existence de ces lattes martensitiques dans une nuance à 14% de Cr (théoriquement purement ferritique même à haute température) est inattendue. Des analyses chimiques ont montré que ces zones correspondent à un appauvrissement local en Cr (Figure II-40). Cette hétérogénéité locale conduit donc à la formation d'un domaine biphasé $\alpha+\gamma$ à haute température, et au cours du refroidissement, une partie de la phase austénitique se transforme en martensite.

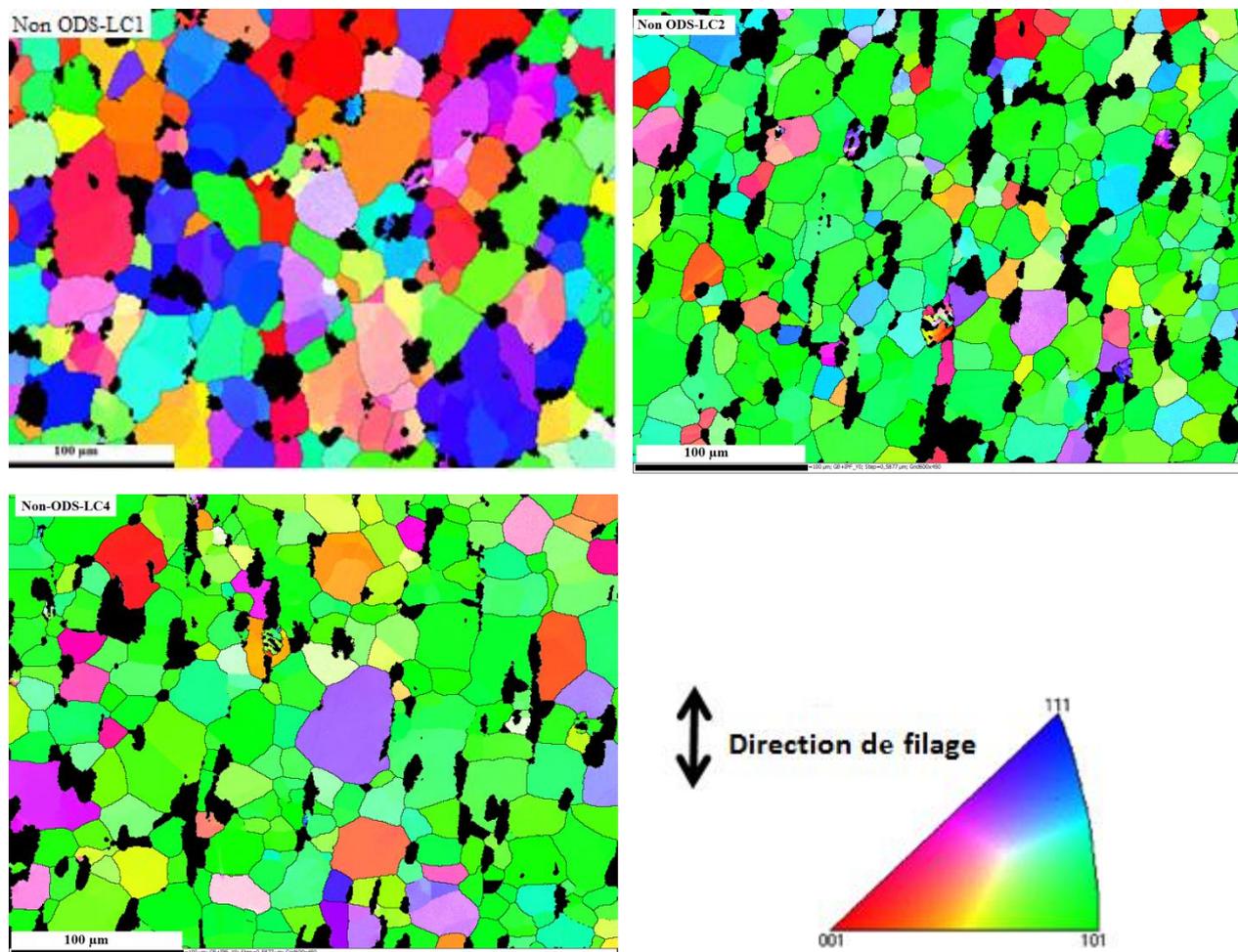


Figure II-38 : Cartographies EBSD montrant l'évolution de la microstructure au cours du filage à chaud de la nuance non renforcée.

Au cours du filage les lattes martensitiques ont tendance à s'allonger suivant la direction d'extrusion. Il est intéressant de noter par contre que les grains ferritiques gardent une forme équiaxe, et ce, même après filage, ce qui indique qu'un processus de recristallisation dynamique a eu lieu. Notre analyse de ces microstructures porte notamment sur la phase ferritique.

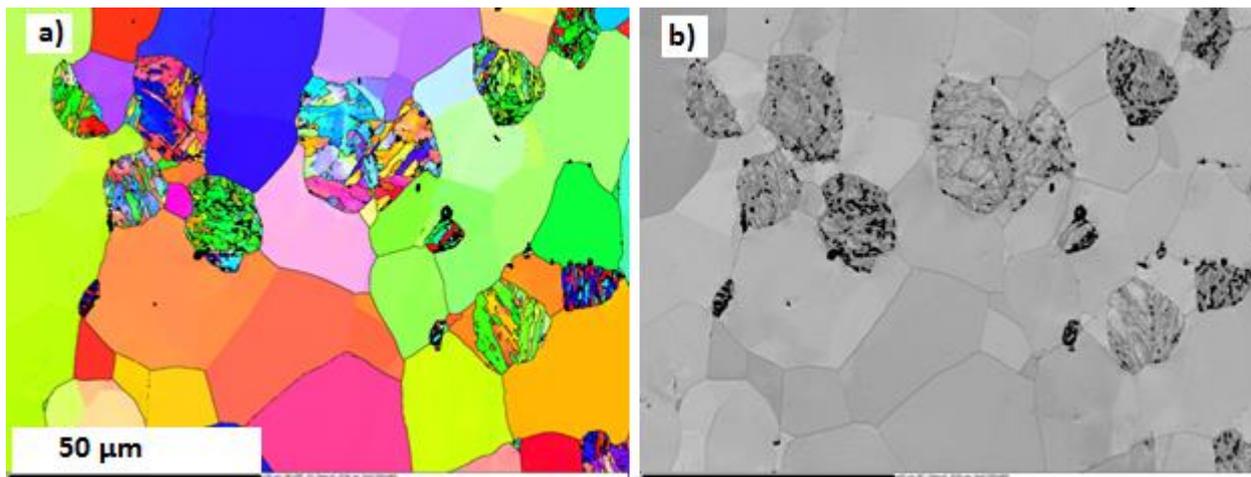


Figure II-39 : Microstructure de l'état 0 de la nuance non renforcée montrant la présence des lattes martensitiques : (a) cartographie d'orientation cristalline, et (b) la bande de contraste associée.

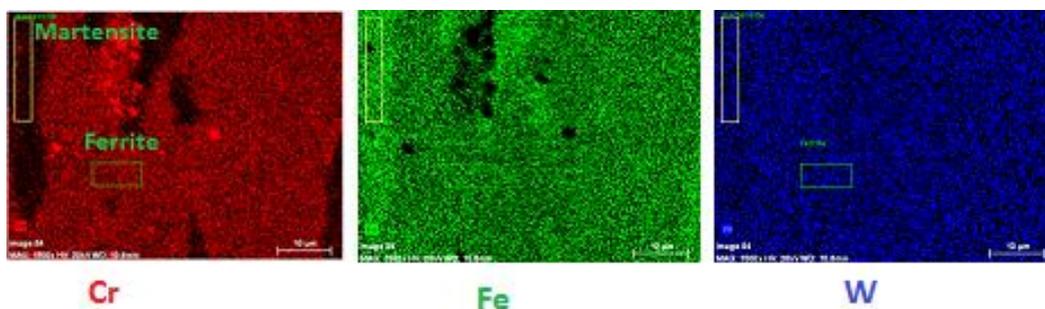
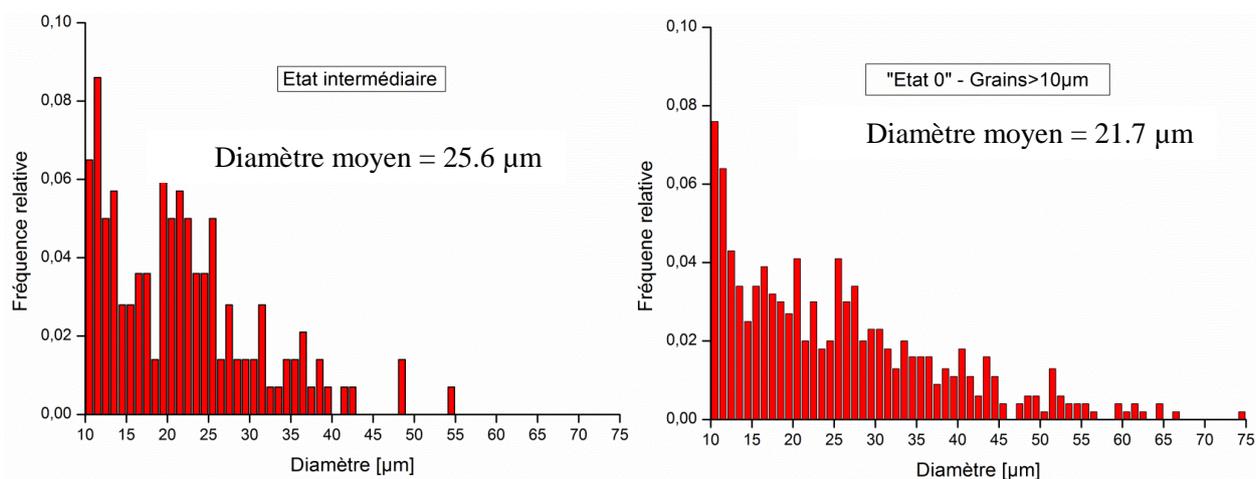


Figure II-40: Analyse chimique (EDX) révélant l'appauvrissement des zones martensitiques en Cr.

2.4.2 Distribution de tailles des grains ferritiques

La Figure II-41 illustre la distribution de la taille des grains ferritiques à différents stades du filage. Nous remarquons que la majorité des grains ont une taille comprise entre 10 et 40 μm, avec une moyenne de 25 μm à l'état 0, et 22 μm environ après filage. Une faible baisse de la taille moyenne des grains accompagne donc le filage. Par contre, la distribution évolue et devient plus étroite.



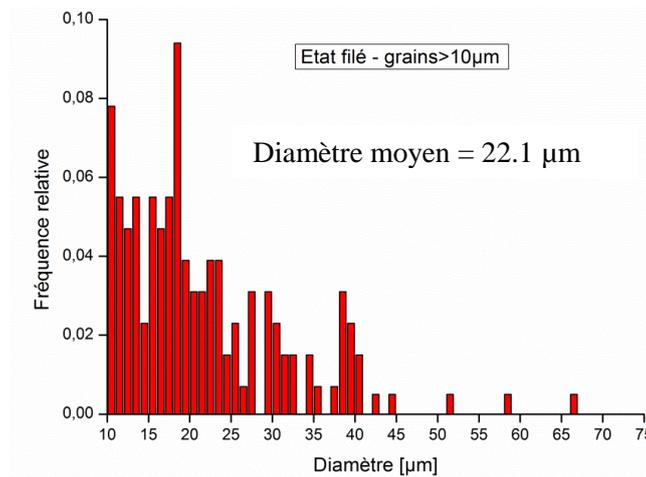


Figure II-41 : Distribution des tailles de grains dans la nuance non renforcée.

2.4.3 Distribution des angles de désorientations

La Figure II-42 représente la distribution de désorientations entre pixels voisins calculée à partir des cartographies précédentes. À partir de ces courbes, les points suivants peuvent être dégagés :

- La fraction des sous-joints (désorientations inférieures à 10°) est plus élevée à l'état 0 qu'à l'état filé.
- En revanche, la fraction des joints de grains à désorientations moyennes (entre 10 et 30°) est plus élevée à l'état filé. Elle représente 23% des joints à l'état filé contre 11% à l'état initial. Cette différence peut être expliquée par un processus de recristallisation dynamique continue qui a eu lieu au cours du procédé, et qui induit donc une évolution des faibles désorientations vers des valeurs moyennes.

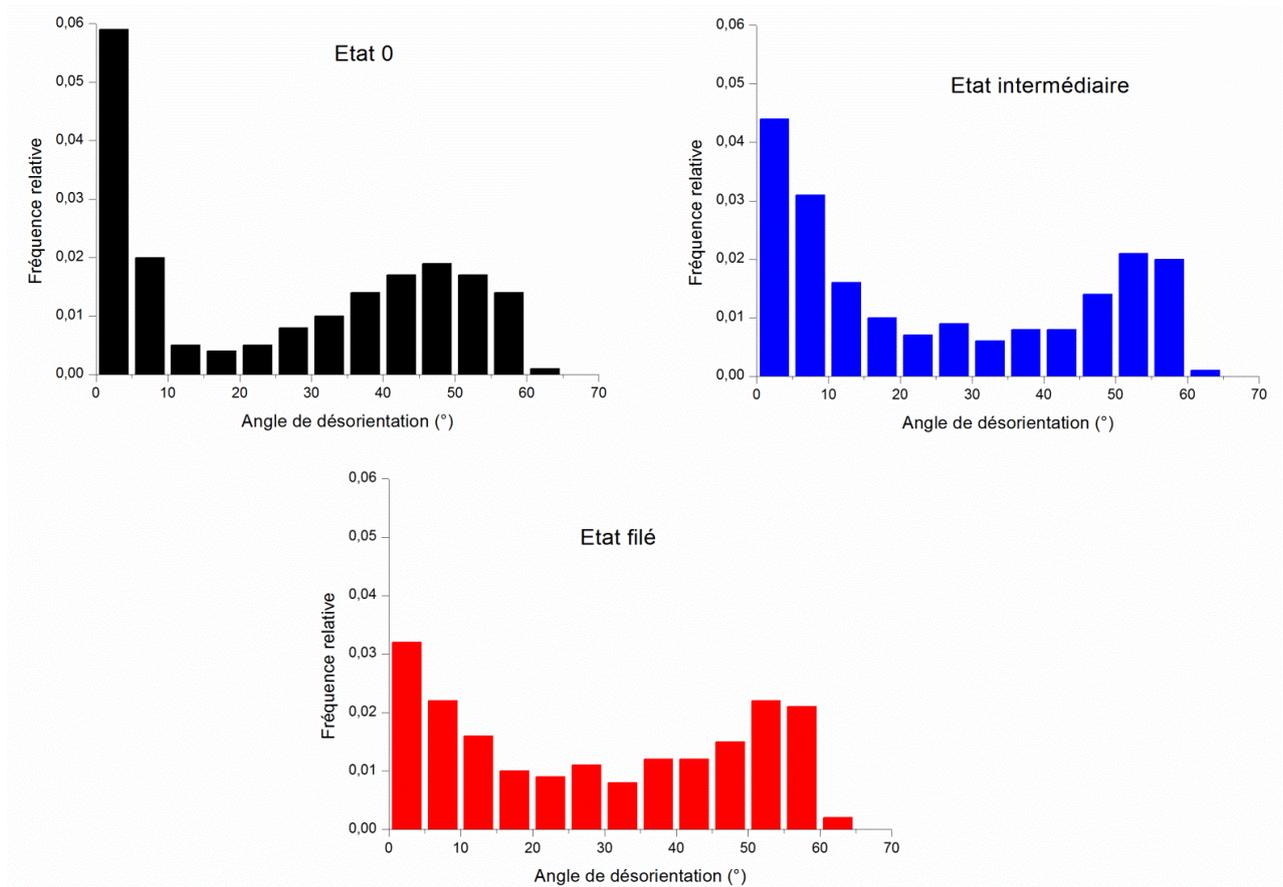
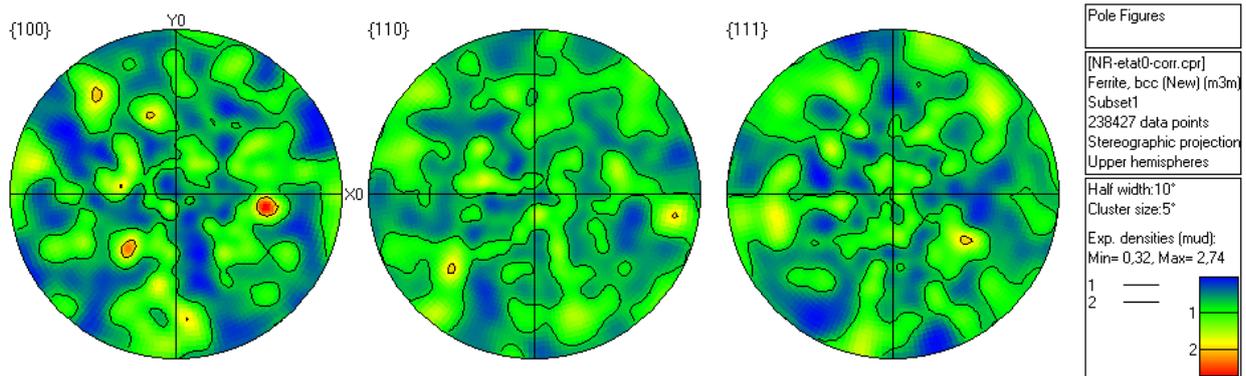


Figure II-42 : Distribution des angles de désorientation à différents endroits du culot de filage de la nuance non renforcée.

Par ailleurs, les figures de pôles correspondantes aux cartographies EBSD de la Figure II-38 sont présentées en Figure II-43. Avant filage (État 0), le matériau ne présente pas de texture cristallographique ; les grains sont orientés d'une manière aléatoire. Au cours de la déformation, une texture de fibre α ($\langle 110 \rangle$ // direction de filage) marquée se développe, et conduit à la formation d'un matériau filé fortement texturé.



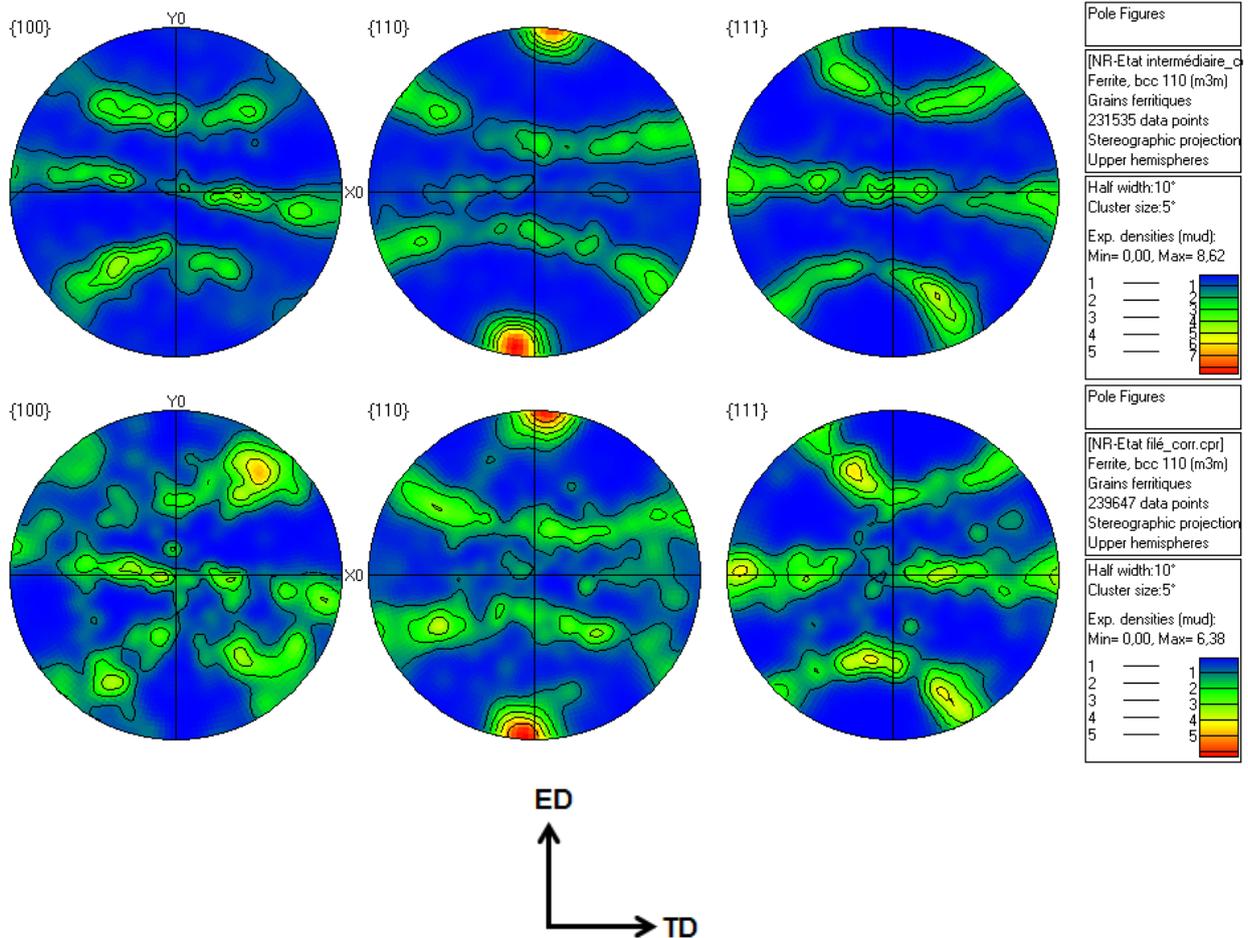


Figure II-43 : Figures de pôles directes correspondant aux différentes cartographies de la Figure II-38.

Dans les trois nuances étudiées, le filage conduit à la formation d'une texture de type fibre α marquée. L'intensité de cette fibre dépend fortement des caractéristiques des précipités présents dans la matrice ferritique ; elle est d'autant plus forte que les précipités sont plus fins et plus denses. Ainsi, la texture s'affaiblit en passant de la nuance ODS de référence à la nuance non renforcée (Figure II-44).

Dans la nuance renforcée en titane et la nuance non renforcée, les joints de grains sont beaucoup moins ancrés que dans la nuance ODS de référence, leur mobilité par conséquent est plus importante. Cette mobilité contribue à la modération de la texture, tout comme l'intensité de la recristallisation dynamique qui devient plus active lorsqu'il y a moins de précipités.

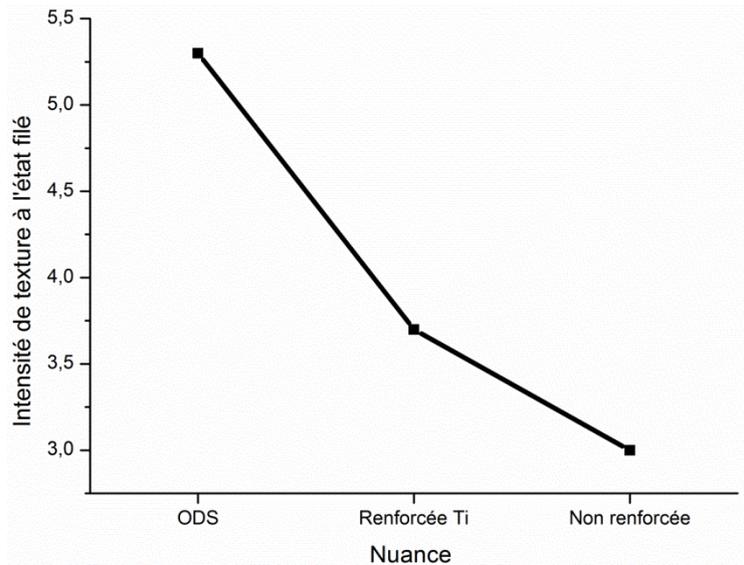


Figure II-44: Intensité de texture des trois nuances à l'état filé (calculée par la fonction de distribution des orientations à partir des données EBSD).

2.5 Étude de différents états filés de la nuance ODS de référence

2.5.1 Évaluation des effets post-dynamiques

Tous les résultats montrés précédemment ont été obtenus sur des culots de filage refroidi à l'air. En effet, après l'arrêt de la presse, le culot de filage, de température supérieure à 1200°C, est libéré de la filière. Il se retrouve donc en contact direct avec l'air ambiant. Pendant cette étape de refroidissement des évolutions post- (ou méta-) dynamiques peuvent intervenir. Dans le cas des nuances ODS, il est admis que la microstructure formée à l'issue du filage est très stable, et ses chances d'évoluer durant le refroidissement sont donc minimales. Pour confirmer cette hypothèse, nous avons réalisé un filage, à partir de la nuance ODS de référence, suivi d'une trempe de la barre dans un bac d'eau placé à la sortie de la filière. Ainsi, les effets dynamiques et post-dynamiques peuvent être séparés.

La microstructure obtenue après trempe a été caractérisée à l'EBSDB, et comparée à la microstructure d'une barre filée dans les mêmes conditions mais qui n'a pas subi de trempe (Figure II-45).

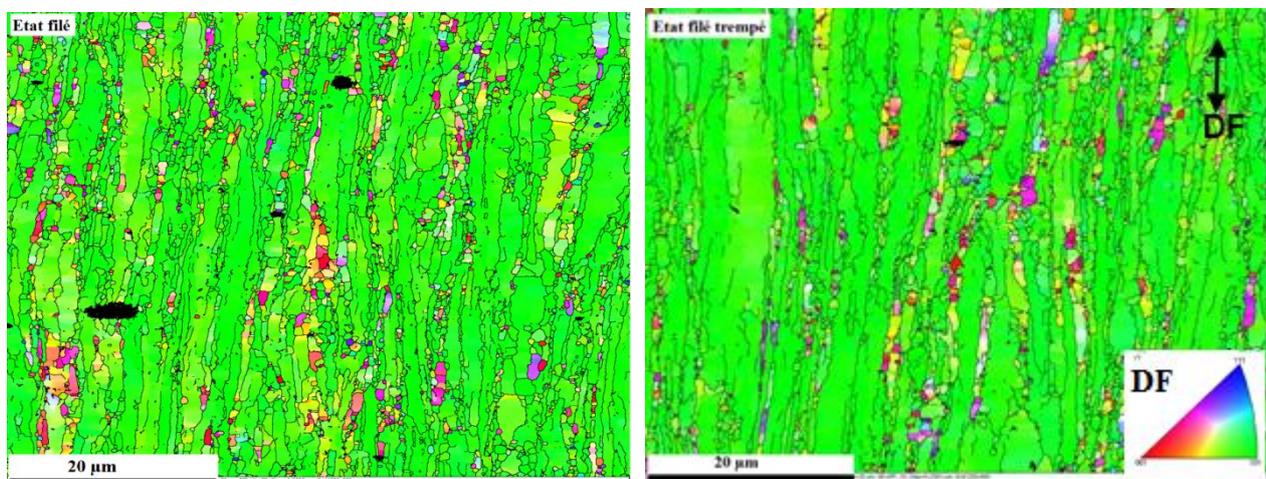


Figure II-45 : Influence du type de refroidissement sur la microstructure du matériau filé.

En outre, la Figure II-46 présente les contrastes de bandes associées à ces deux cartographies d'orientations cristallines.

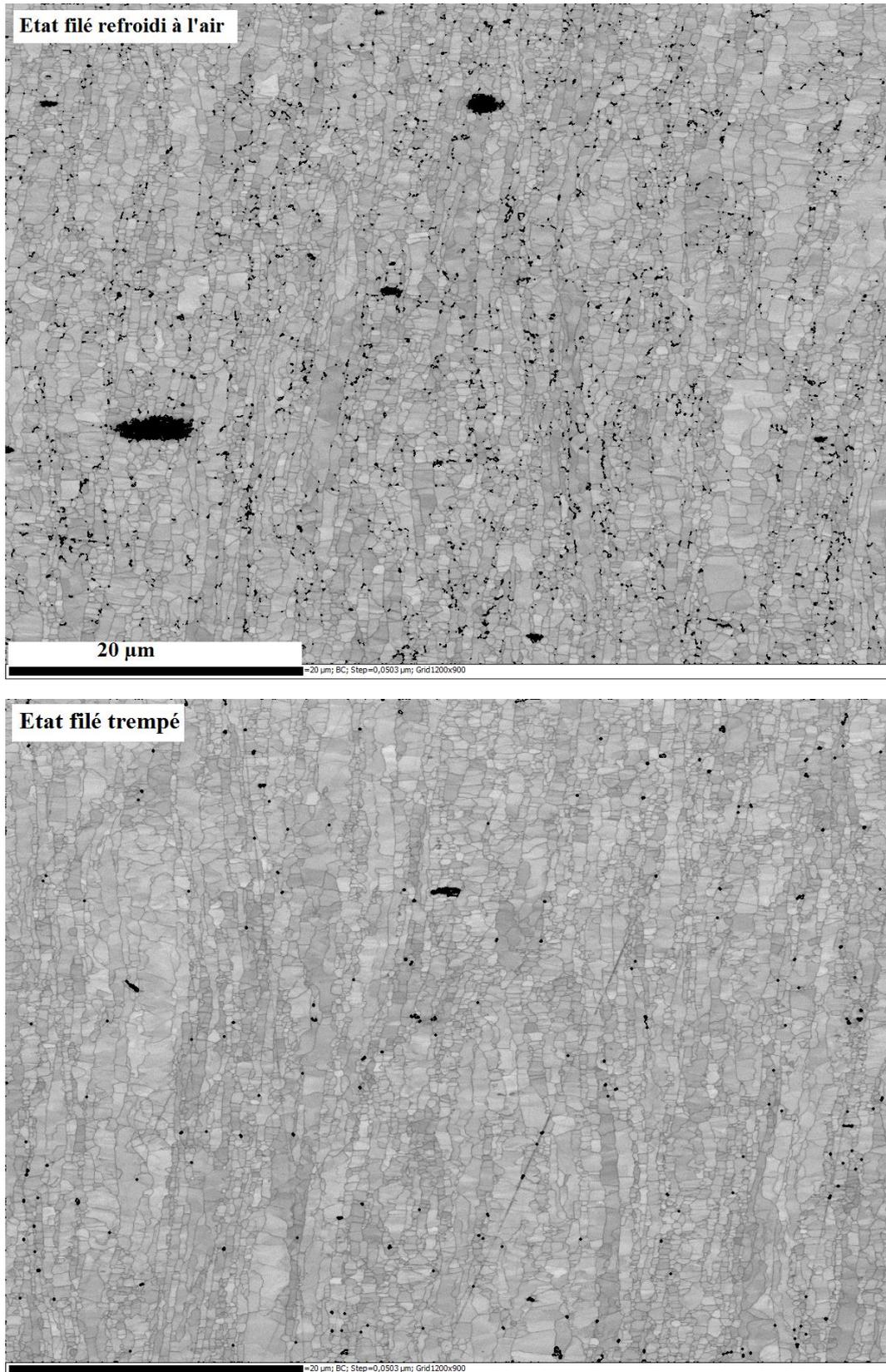


Figure II-46 : Cartographies EBSD en Band Contrast des matériaux filés montrant l'influence du type de refroidissement.

D'après ces observations, les deux états métallurgiques présentent des microstructures très similaires. Dans les deux cas, des petits grains équiaxes et des gros grains allongés suivant la direction de filage sont observés avec des tailles très proches comme l'illustre la Figure II-47 (0.6 μm en moyenne), et un facteur de forme moyen de l'ordre de 2. De plus, les distributions des angles de désorientation entre pixels voisins sont également très similaires (Figure II-48). Cette comparaison montre clairement que les évolutions post-dynamiques après filage sont très faibles dans les nuances ODS.

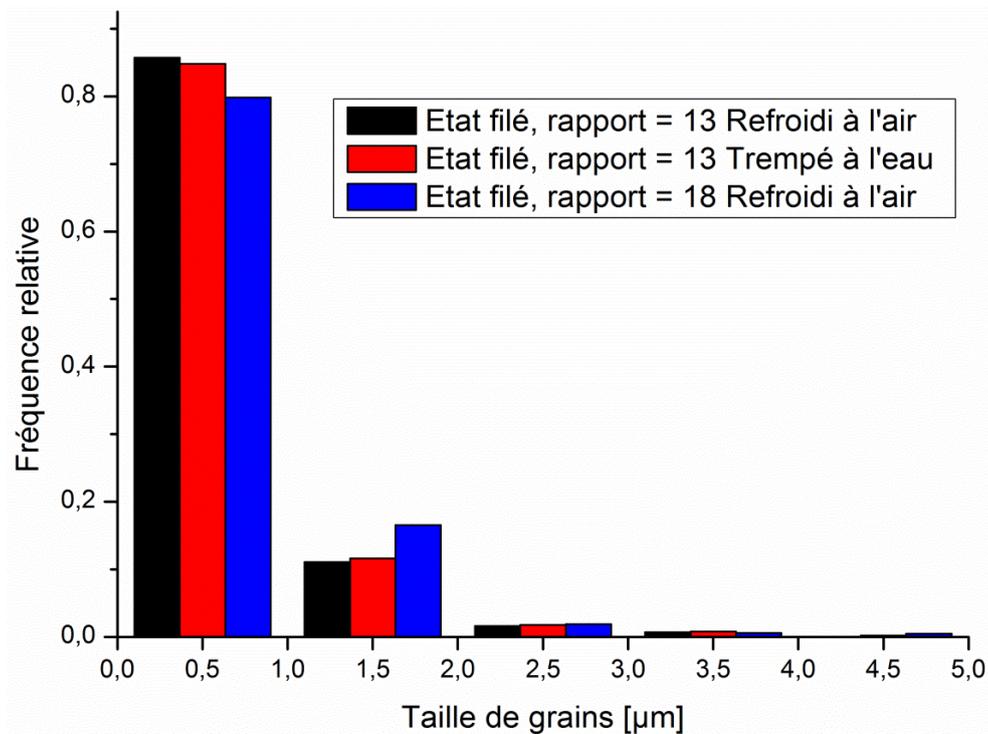


Figure II-47 : Distributions des tailles de grains pour différents états filés de l'ODS de référence.

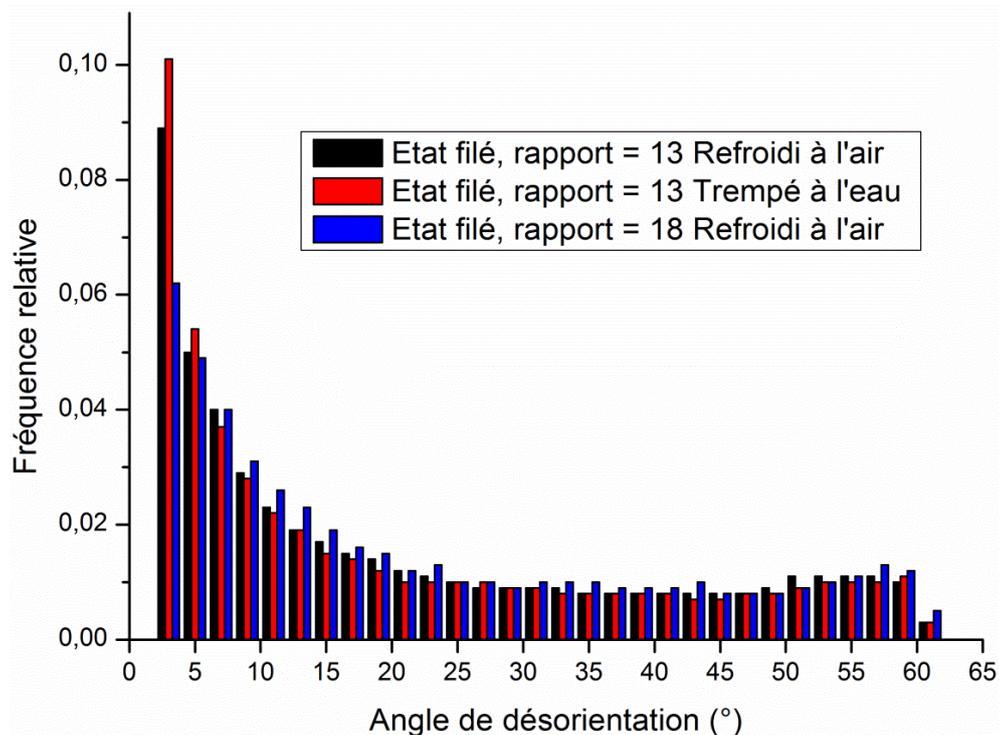


Figure II-48 : Distribution des angles de désorientation pour différents états filés de l'ODS de référence.

2.5.2 Influence du rapport de filage

Le rapport de filage est un paramètre important dans l'opération du filage ; il définit la quantité de la déformation et la vitesse de sollicitation subie par le matériau.

Durant sa thèse, [Couvrat, M. - 2011] a étudié l'impact de ce paramètre sur la microstructure du matériau filé. Des observations MET sur des matériaux filés avec un rapport de filage de 5, 7, 13 (référence) et 18 semblent indiquer une faible variation de la microstructure. Il paraît alors que la déformation dépasse un seuil critique permettant d'atteindre un état stationnaire au-delà duquel la microstructure n'évolue quasiment plus. Pour vérifier ce scénario à une échelle plus large, nous avons caractérisé à l'EBSA des états filés de la nuance ODS de référence avec deux rapports de filage 13 et 18. La Figure II-49 et la Figure II-50 présentent les microstructures obtenues.

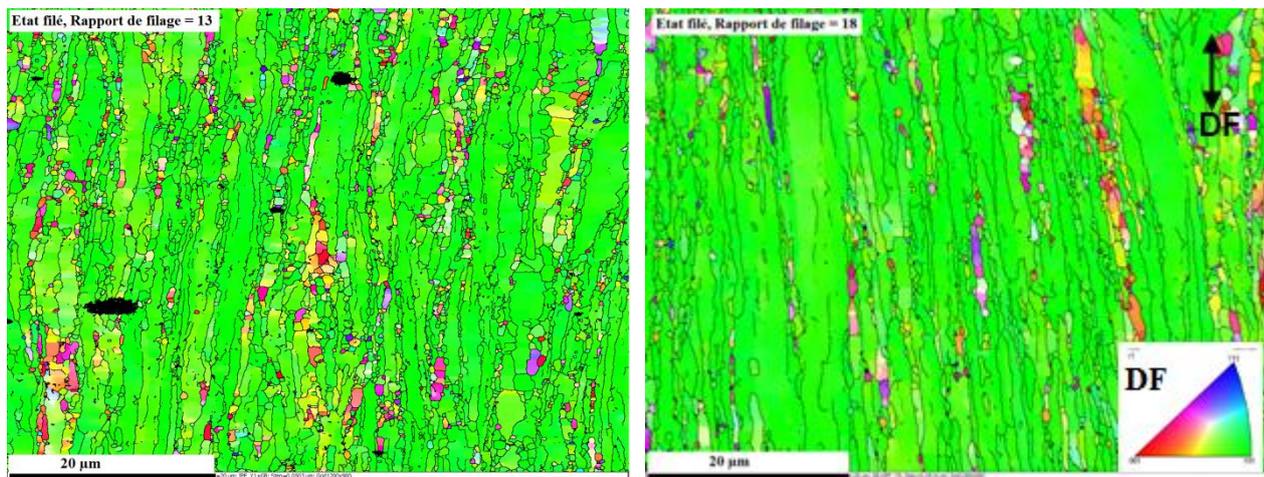


Figure II-49 : Microstructure des matériaux filés avec un rapport de filage de 13 et 18.

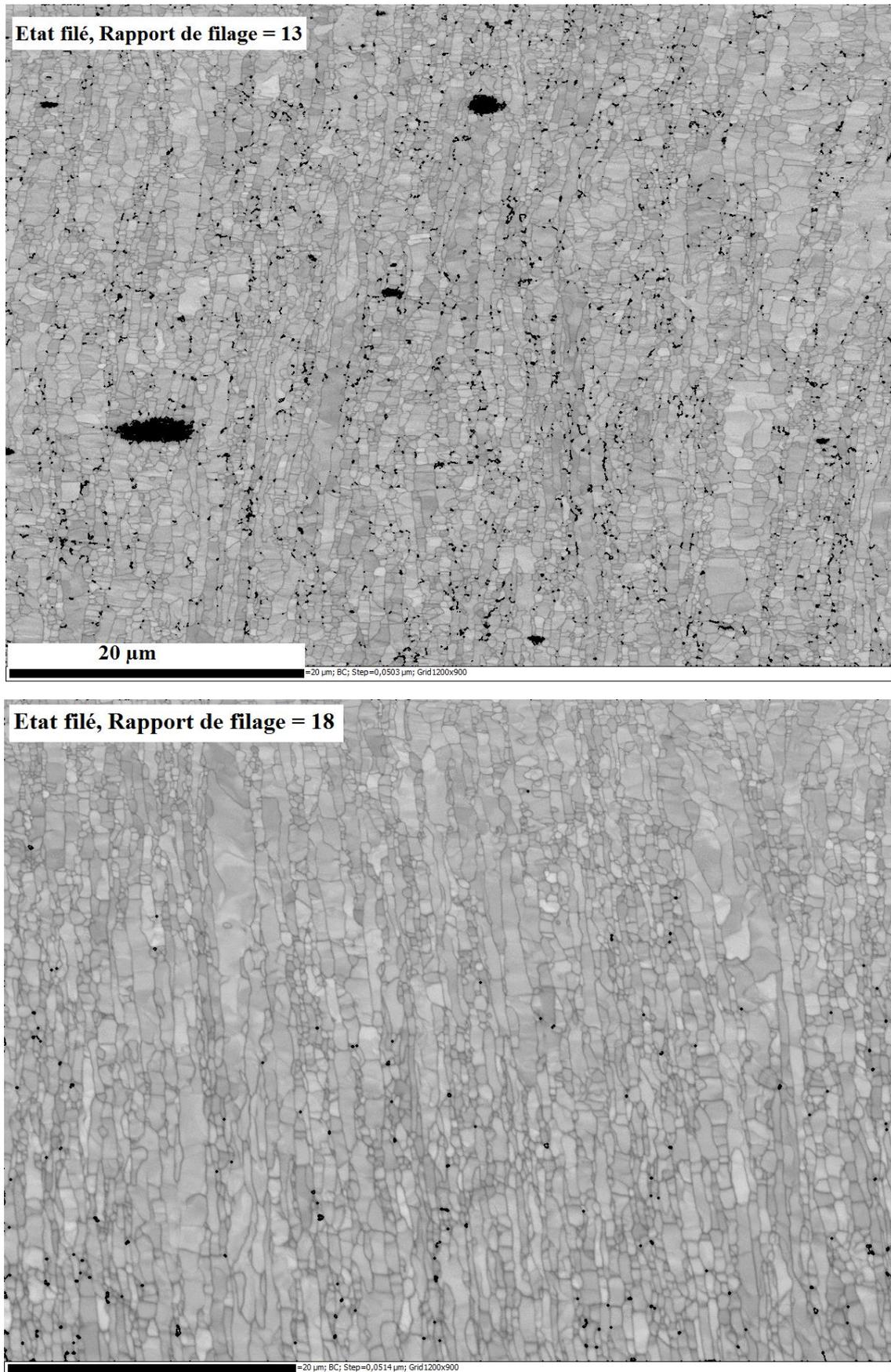


Figure II-50: Cartographies EBSD en Band Contrast des matériaux filés à différents rapport de filage.

On observe une légère différence de morphologie des grains entre les deux états. Le matériau filé avec le rapport de filage le plus élevé présente des grains un peu plus gros (en moyenne $0.7 \mu\text{m}$ contre $0.6 \mu\text{m}$), avec un facteur de forme légèrement plus important que le matériau filé standard (2.6 Vs. 2). Globalement, des similitudes assez fortes existent entre ces deux microstructures.

Le rapport de filage joue donc peu sur la morphologie des grains, ce qui conforte le scénario de l'existence d'un état stationnaire caractérisé par l'équilibre entre la quantité de dislocations créée et celle restaurée ou consommée par les joints et/ou les sous-joints de grains. Cependant, l'intensité de texture est fortement influencée par ce paramètre. En effet, des caractérisations en diffraction des neutrons sur l'état filé avec deux rapports de filage 6.5 (filière de diamètre 30), et 13 (filière de diamètre 21), effectuées au Laboratoire Léon Brillouin (LLB) par J-L. Béchade, ont montré que les deux matériaux présentent une texture de fibre α marquée, avec un indice de texture plus élevé ($J=9.27$) pour le rapport de filage 13, alors qu'il est seulement de $J=3.4$ dans le cas du rapport de filage 6.5 (Figure II-51). Le taux de corroyage, qui augmente naturellement avec le rapport de filage, conduit donc à une intensification de la texture des matériaux ODS filés.

Les figures de pôles $\{110\}$ recalculées à partir des mesures en diffraction des neutrons sont présentées en Figure II-51.

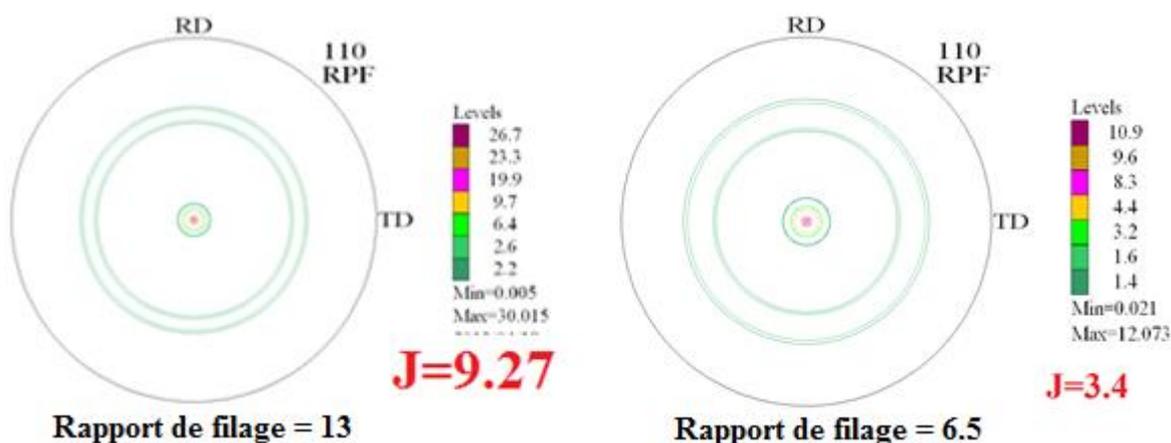


Figure II-51 : Figures de pôles $\{110\}$ obtenues par diffraction des neutrons sur un matériau ODS filé montrant l'influence du rapport de filage sur l'acuité de la fibre α . L'axe de filage est au centre des figures de pôles.

Il paraît donc que le rapport de filage a peu d'influence sur la morphologie des grains. En revanche, il joue fortement sur l'acuité de la texture cristallographique formée pendant le filage. Cette dernière augmente sensiblement avec le taux de corroyage. Ces résultats coupent court à l'idée qu'une microstructure homogène (complètement recristallisée), réduisant l'anisotropie de ces matériaux ODS ferritiques, peut être obtenue par un corroyage plus important. Ceci est lié à l'existence d'une recristallisation continue incomplète qui n'empêche pas la formation d'une texture cristallographique et morphologique (fragmentation partielle des grains). La réduction de cette anisotropie pendant la mise en forme à chaud reste encore une question complexe.

2.5.3 Influence de la taille des précipités Y-Ti-O

Afin d'étudier l'effet de la taille des précipités Y-Ti-O sur les évolutions de la microstructure pendant le filage, une billette remplie de la poudre ODS de référence a été traitée thermiquement sous vide à 1350°C pendant 3h puis filée dans les conditions standards CEA (préchauffage sous air 1h à 1100°C puis filage). C'est la nuance dite « surcuite ». L'objectif était d'induire une croissance des précipités Y-Ti-O par murissement d'OSWALD. Des observations MET ont été réalisées pour mesurer la taille et la densité volumique des précipités après ce traitement thermique.

La Figure II-52 montre la distribution de tailles de précipités présents dans la nuance « surcuite ». Lors du traitement thermique, les nanoparticules grossissent et coalescent entre elles conduisant à tripler leur taille. Ainsi, leur diamètre moyen atteint 9 nm, et leur densité volumique est de l'ordre de $1,1 \cdot 10^{22}$ particules/m³ (mesures basées sur 650 précipités). Rappelons que la nuance ODS de référence présente des précipités de taille moyenne de l'ordre de 3 nm, avec une densité volumique dépassant 10^{23} particules/m³.

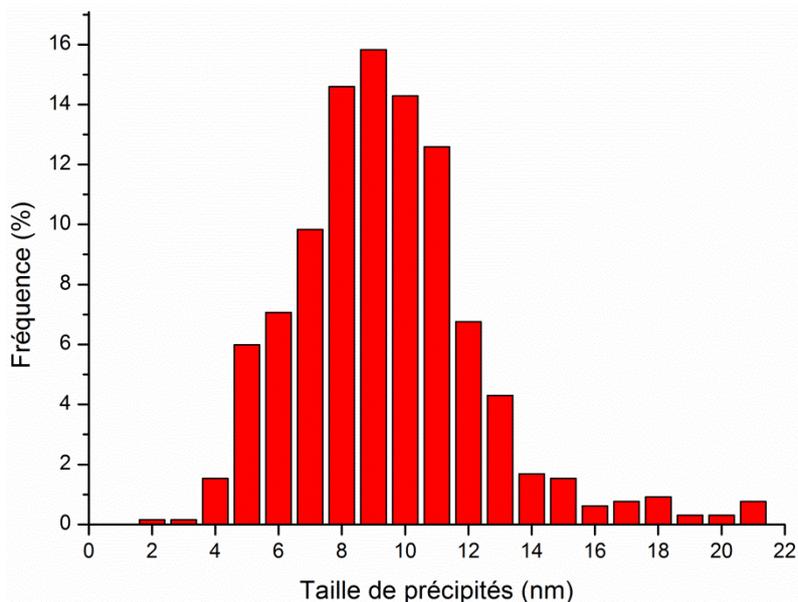
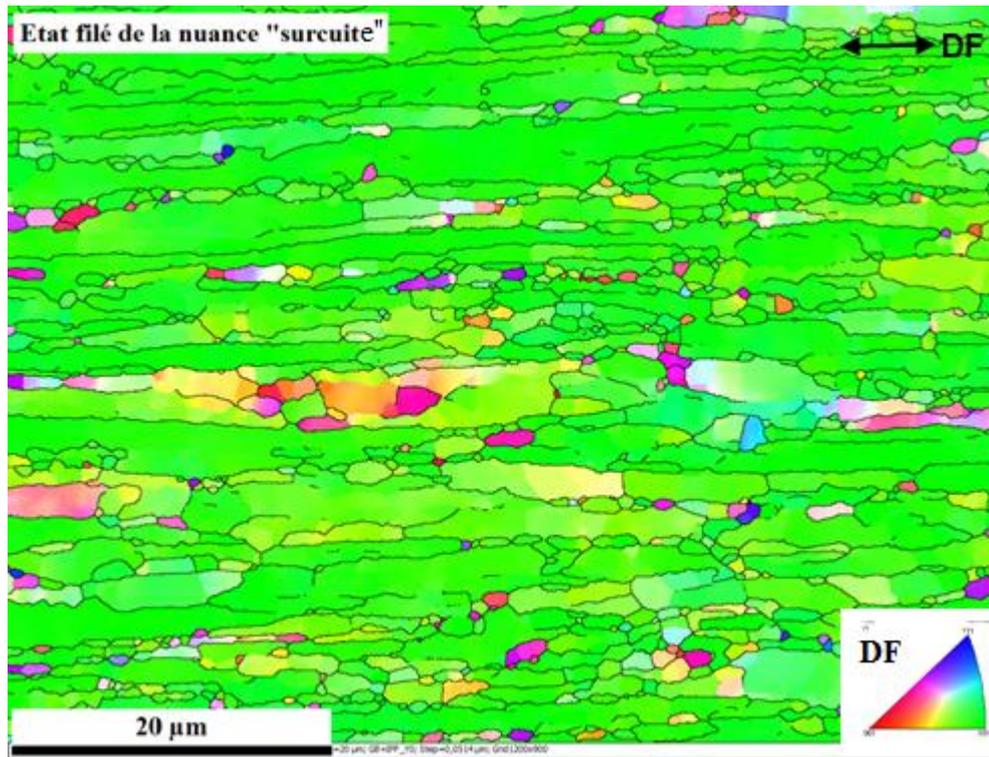


Figure II-52: Distribution de tailles de précipités présents dans la nuance ODS « surcuite ».

De plus, la Figure II-53 et la Figure II-54 présentent la microstructure obtenue après filage. Comme pour les autres états filés de la nuance ODS de référence, la nuance ODS « surcuite » présente aussi une microstructure hétérogène, composée de petits grains et de gros grains allongés. La taille moyenne des grains est de 1,3 μm , soit deux fois plus gros que dans la nuance ODS standard. Les grains sont également plus allongés. L'intensité de la fibre α , en revanche, est très proche de celle de l'état filé standard (Figure II-55).

Sachant que ces deux nuances présentent des tailles de grains similaires avant filage (supérieure à 2 μm), l'affinement moins important observé dans la nuance ODS « surcuite » peut s'expliquer par un effet Zener réduit des précipités (plus gros et moins nombreux) sur les joints de grains, qui deviennent donc plus mobiles.



FigureII-53 : Microstructure de la nuance ODS « surcuite » à l'état filé.



Figure II-54 : Cartographie EBSD en Band Contrast de la nuance ODS « surcuite » à l'état filé.

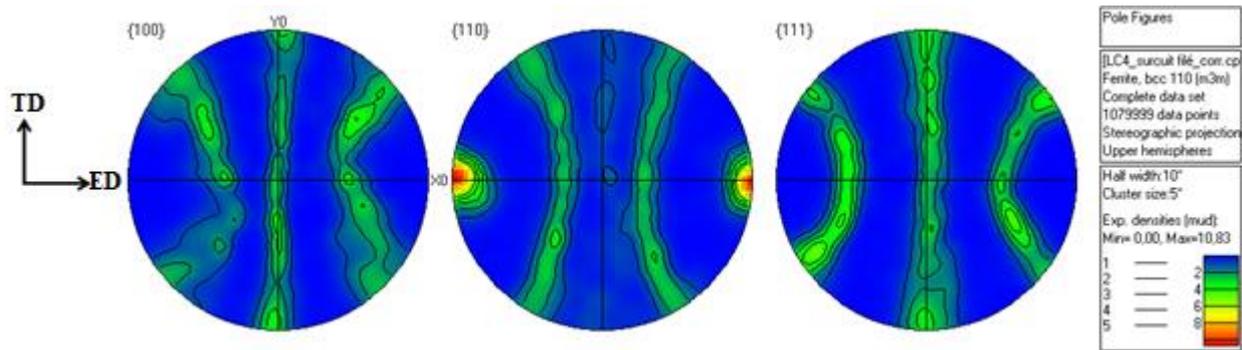


Figure II-55 : Figures de pôles montrant la texture de la nuance ODS « suruite » à l'état filé.

2.6 Bilan du chapitre

L'évolution de la microstructure lors du filage à chaud de différents aciers ferritiques à 14% de chrome, et à différents taux de renfort a été analysée par EBSD.

La comparaison entre un état filé trempé et un état filé refroidi à l'air conclut à une faible différence entre les microstructures de ces deux états métallurgiques. Le fait de considérer que les effets post-dynamiques sont négligeables dans les nuances ODS est alors tout à fait justifié.

L'ensemble des résultats obtenus par EBSD sur les matériaux étudiés montrent que le mécanisme de recristallisation accompagnant le filage à chaud des aciers ferritiques est de type recristallisation dynamique continue. Après formation des sous-joints par restauration, leurs désorientations continuent à croître, et ceux-ci se transforment graduellement en joints de grains au cours de la déformation. Ce processus s'accompagne d'un affinement de la microstructure.

La cinétique de ce mécanisme semble être fortement influencée par les caractéristiques de la précipitation présente dans le matériau. En effet, dans l'acier ODS de référence, la forte densité volumique des nano-oxydes ralentit le mouvement des dislocations. La formation des sous-joints et leur transformation en nouveaux joints devient par conséquent plus difficile. Ainsi, à l'état filé certains grains présentent encore une texture morphologique (allongés suivant la direction de filage) conduisant à la formation d'une microstructure hétérogène. Cette hétérogénéité contribue à l'anisotropie mécanique observée pour les nuances ODS ferritiques filées. Au contraire, dans la nuance renforcée en titane, qui présente une microstructure plus grossière, et une précipitation plus grossière et moins dense (3 ordre de grandeur par rapport à un ODS standard) favorisant le mouvement des dislocations, ce processus de recristallisation apparaît donc plus efficace. À la sortie du filage, les grains présentent une morphologie relativement équiaxe et la microstructure apparaît plus homogène. Dans ce cas, la faible force d'ancrage exercée par les précipités n'empêche pas la formation et l'évolution des parois faiblement désorientées. Ce scénario se confirme dans la nuance non renforcée où une microstructure complètement recristallisée est observée après filage. Il s'avère donc que l'évolution de la morphologie des grains pendant la déformation à chaud en filage de ces matériaux ferritiques est influencée par les nano-oxydes. Par ailleurs, la nature de la texture développée en filage est indépendante des précipités. Dans les trois matériaux, une fibre α ($\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe de filage) est observée. L'intensité de cette fibre, en revanche, est impactée par les nanoparticules. Elle est plus élevée dans le cas de la nuance ODS de référence où l'effet des précipités sur les dislocations et les joints de grains est plus important. Le même effet conduit également à une recristallisation dynamique continue moins active.

Par ailleurs, l'étude de l'influence du rapport de filage sur la microstructure des matériaux filés semble confirmer l'établissement d'un état stationnaire à partir duquel cette microstructure n'évolue que très peu

avec le taux de corroyage. La morphologie des grains dans plusieurs états filés à différents rapport de filage est très similaire. L'intensité de texture, en revanche, augmente avec le rapport de filage.

Il convient enfin de souligner que la microstructure à l'état filé semble largement définie par la taille et la densité de la précipitation. Cela peut s'expliquer par l'activation plus ou moins importante de la recristallisation dynamique, mais aussi par la migration des joints et sous-joints qui devient plus réduite en présence de précipités fins et nombreux.